

Ein Ultrahochvakuum-
Konkavgitterspektrograph mit streifendem
Einfall zur Untersuchung der
ultraweichen Röntgenstrahlung

Messungen an elementarem Silicium, Aluminium,
Beryllium, Niob und Molybdän und einigen Verbindungen

von

GERHARD WIECH

München 1964

1965

Ein Ultrahochvakuum-Konkavgitterspektrograph
mit streifendem Einfall
zur Untersuchung der ultraweichen
Röntgenstrahlung

Messungen an elementarem Silicium, Aluminium,
Beryllium, Niob und Molybdän und einigen
Verbindungen

Inaugural - Dissertation
zur Erlangung der Doktorwürde
der
Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Ludwig-Maximilians-Universität München

vorgelegt von
Gerhard Wiech
aus

Heidenheim an der Brenz

Dezember 1964



- I. Berichterstatter: Prof. Dr. A. Faessler
II. Berichterstatter: Prof. Dr. W. Rollwagen
Tag der mündlichen Prüfung:

27. Jan. 1965

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
I. Einleitung	1
II. Der Spektrograph	6
1. Mechanischer und vakuumtechnischer Aufbau der Anlage	6
2. Die Röntgenröhre	9
3. Die elektronische Ausstattung	14
4. Die Röntgenoptik	15
a. Allgemeine Überlegungen	15
b. Die Rowlandschiene	17
c. Der Eintrittsspalt	19
d. Der Gitterhalter	23
e. Das Gitter	24
f. Der Multipliewagen	25
g. Der Film- und Plattenhalter	27
III. Die Justierung des Spektrographen	28
1. Allgemeines	28
2. Die Justierung des Filmhalters	29
3. Die Justierung des Spalts und des Gitterhalters	30
4. Die Justierung des Multipliewagens	36
IV. Grundlagen für die Auswertung der Spektren	38
1. Das Auflösungsvermögen	38
2. Die Bestimmung der Fensterkurve und der wahren Kurve	40
3. Die Auswertung der Spektren	45
a. Die Bestimmung der Eichkurve	45
b. Die Bestimmung der Intensität $I(E)$	46
4. Zusammenhang zwischen beobachteter Bandenform und Elektronendichte	47
V. Die Aufnahme der Spektren, Ergebnisse und Diskussion	49
1. Allgemeines	49
2. Die $L_{II,III}$ -Spektren von Aluminium und Aluminiumoxid	51
a. Allgemeines	51
b. Die Aufnahme der Spektren	52
c. Der Einfluß des Kohlenstoffs	54
d. Aluminium. Ergebnisse und Diskussion	56

e. Der Einfluß der Fensterkurve auf die Al L _{II,III} -Kante	65
f. Aluminiumoxid. Ergebnisse und Diskussion	67
g. Die Beobachtung zeitlich veränderlicher Vorgänge an Al und Al ₂ O ₃	69
3. Die L-Spektren von elementarem Silicium, Siliciumcarbid und Siliciumdioxid	73
a. Die Aufnahme der Spektren	73
b. Ergebnisse und Diskussion	74
4. Das K-Spektrum von elementarem Beryllium	81
a. Die Aufnahme des Spektrums	81
b. Ergebnisse und Diskussion	82
5. Niob- und Molybdänspektren	87
a. Allgemeines	87
b. Die Aufnahme der Spektren. Ergebnisse und Diskussion	87
Zusammenfassung	93
Literaturverzeichnis	99

Übersicht.

Es wird ein Konkavgitterspektrograph für die Untersuchung der ultraweichen Röntgenstrahlen im Wellenlängenbereich von 40...600 Å beschrieben. Das Gitter ist ein "blazed grating" (=Echelettegitter; blaze angle $1^{\circ}31'$) mit einem Radius von 2000 mm und 600 Strichen/mm.

In der Röntgenröhre, die sich im Innern des auf $3...6 \times 10^{-6}$ Torr evakuierbaren Spektrographen befindet, läßt sich ein Vakuum besser als 10^{-8} Torr erreichen. Die Röhre enthält außer Anode und Elektronenkanone einen Aufdampfofen, sowie Vorrichtungen zum Gettern und Abglimmen.

Der röntgenoptische Teil, bestehend aus Rowlandschiene, Spalthalter, Gitterhalter und Multipliewagen bzw. Filmhalter ist als in sich abgeschlossene Einheit ausgebildet. Die Justierung erfolgt auf lichtoptischem Weg außerhalb des Spektrographen.

Die Spektren werden durch Elektronenstoß angeregt. Die Belastung der Anode ist niedrig (3 kV; 0,5...3,5 mA). Die Strahlung tritt aus der Röntgenröhre in den Spektrographen durch einen mit dem Spalt verbundenen Diffusionskanal.

Als Empfänger wird ein offener Sekundärelektronenvervielfacher mit Wolframphotokathode verwendet. Die Registrierung der Spektren erfolgt wahlweise mit dem Schreiber, wobei der Detektor kontinuierlich am Rowlandkreis entlang geführt wird, oder durch Aufnahme einzelner Meßpunkte mit vorgegebener Impulszahl.

Zur Kontrolle des neuen Spektrographen wurde die L-Emissionsbande von Aluminium aufgenommen, die Gegenstand zahlreicher älterer Untersuchungen war, als gut bekannt gilt und daher oft für Vergleichsmessungen herangezogen wird. Übereinstimmung mit den früheren, meist photographisch registrierten Spektren ergab sich nur hinsichtlich der Maxima. Bezüglich der Struktur der Banden und der Intensitätsverhältnisse traten hingegen größere Abweichungen auf. Für die Diskrepanzen zwischen den vorliegenden und den älteren Messungen ließ sich eine Reihe von Gründen angeben.

Infolge der kleinen Röhrenleistungen und der kurzen Beobachtungszeiten war es möglich, zeitlich veränderliche Prozesse auf der Antikathode messend zu verfolgen, wie z.B. die Bedekung der Antikathode mit Kohlenstoff und die Zersetzung von Aluminiumoxid unter dem Einfluß des Elektronenbombardements in Aluminium und Sauerstoff.

Eingehend wurden die K-Emissionsbande von Beryllium und die L-Emissionsbanden von Silicium, Siliciumcarbid und Siliciumdioxid untersucht. Bei allen Spektren ergaben sich wesentlich ausgeprägtere Strukturen als bei früheren Messungen.

Die $M\zeta$ -Linie, die bei Niob, Niobdioxid und Niobpentoxid untersucht wurde, und die My -Emissionsbande von Niob und Niobdioxid zeigen eine starke, aber sehr unterschiedliche Bindungsabhängigkeit.

Mit Hilfe der Fensterkurve der Apparatur, die an Hand der $M\zeta$ -Linie von Molybdän bestimmt wird, lassen sich die wahren Halbwertsbreiten der an Niob und seinen Oxiden gemessenen $M\zeta$ -Linien ermitteln.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

I. Einleitung.

Durch die Entdeckung von COMPTON und DOAN (1) im Jahr 1925, daß an mechanisch geteilten ebenen Strichgittern eine Beugung von Röntgenstrahlen stattfindet, wenn sie unter einem hinreichend großen Einfallswinkel auf das Gitter treffen, wurde es möglich, die Spektroskopie der Röntgenstrahlen auch auf größere, mit Kristallen wegen der zu kleinen Gitterkonstanten nicht mehr erfaßbare Wellenlängen ausdehnen. Die nur dem Gitter zugängliche Strahlung wird als ultraweiche Röntgenstrahlung bezeichnet.

Die Pionierarbeit im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlen leistete wie auf dem gesamten Gebiet der Röntgenspektroskopie M. SIEGBAHN (vgl. (2)). Die von ihm für die speziellen Erfordernisse des streifenden Einfalls gefertigten sogenannten leicht geritzten Plan- und Konkavgitter schufen die Voraussetzung für die Konstruktion leistungsfähiger Spektrographen. Nachdem es OSGOOD (3) bereits 1927 gelungen war, auch das Konkavgitter bei streifendem Einfall zu verwenden, und sich dieses im Gegensatz zum ebenen Gitter nicht nur durch größere Lichtstärke, sondern auch durch ein größeres Auflösungsvermögen auszeichnet, wurde es immer häufiger und seit etwa 1935 ausschließlich verwendet. Ein von MAGNUSSON (4) konstruierter Konkavgitterspektrograph war Vorbild für zahlreiche bis in die jüngste Zeit hinein gebaute Spektrographen. - SIEGBAHN und seiner Schule verdanken wir auch die ersten eingehenden Untersuchungen von Spektren, insbesondere die Bestimmung ihrer Wellenlänge und ihre Einordnung in die entsprechenden Termschemata.

In der Folgezeit führte SKINNER an einer großen Zahl von Elementen und Verbindungen sorgfältige Messungen durch. Er wählte für seine Untersuchungen vor allem die leichten Elemente, die aus zwei Gründen besonders geeignet sind. Die Spektren der leichten Elemente liegen nämlich vielfach im extrem langwelligen Bereich ¹⁾, wo das Energieauflösungsvermögen des Spektrographen

1) Das Na L-Spektrum z.B. erstreckt sich von 400-450 Å, das Al L-Spektrum von 170-210 Å.

groß ist. Außerdem ist bei den Elementen der 2. Periode, deren L-Spektren in dieses Gebiet fallen, das $L_{II,III}$ -Niveau besonders scharf, sodaß das Spektrum im wesentlichen durch die Form des äußeren Niveaus bestimmt wird.

Es ist das besondere Verdienst von SKINNER, daß er in Zusammenarbeit mit den Theoretikern JONES und MOTT (vgl.(26)) die Spektren im Sinn der quantenstatistischen Elektronentheorie des Festkörpers interpretierte und so zu einem grundsätzlichen Verständnis der Spektren gelangte. Nach SKINNER (9) ist der Intensitätsverlauf der Emissionsbanden, die Elektronenübergängen vom Valenzband auf ein unbesetztes inneres Niveau entsprechen, ein Abbild der Dichteverteilung der Valenzelektronen. Damit fanden die Grundvorstellungen der Elektronentheorie eine direkte experimentelle Bestätigung. Die Ergebnisse der Arbeiten von SKINNER haben in zahlreiche Lehrbücher und Monographien über Festkörperphysik Eingang gefunden. - Ziel der Spektroskopie im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlung ist es, Aussagen über die Dichteverteilung, über den Symmetriecharakter der Elektronen und damit die Elektronenbeanspruchung bei der chemischen Bindung zu machen.

Obwohl außer SKINNER eine Reihe weiterer Forscher, von denen besonders TOMBOULIAN zu nennen ist, auf dem Gebiet der ultraweichen Röntgenstrahlen arbeiteten, ging die Entwicklung nicht in dem erwarteten Sinn weiter und es trat eine gewisse Stagnation ein. Wenn auch durch Wiederholungsmessungen die früheren Ergebnisse scheinbar laufend bestätigt wurden, so hat das seine Ursache weniger darin, daß das Gebiet experimentell als abgeschlossen zu betrachten ist, als vielmehr in der Benützung der gleichen, aber offenbar unzulänglichen experimentellen Mittel. Dazu kommt, daß auch von Seiten der Theorie keine neuen Impulse kamen.

So wurde beispielsweise bei den frühen Messungen als Empfänger stets die auch heute noch vielfach benutzte photographische Platte eingesetzt. Solange jedoch nur die photographische Platte zur Verfügung stand, mußte eine Reihe wesentlicher Mängel der photographischen Registrierung verborgen bleiben. Aus diesem Grund ist die Verwendung eines Sekundärelektronenvervielfachers (SEV) vom Allen-Typ durch KINGSTON (5) 1951 als ein

entscheidender Fortschritt in der experimentellen Technik anzusehen. Bei diesem Typ handelt es sich um einen offenen Multiplier, dessen Dynoden aus CuBe gefertigt und gegen atmosphärische Einflüsse weitgehend unempfindlich sind.

1954 führten ROGERS und CHALKLIN (6) im Bereich zwischen 20 und 200 Å Untersuchungen mit einem Geigerzähler durch und 1960 berichtete HOLLIDAY (7) über die Verwendung eines Durchflußproportionalzählers im gleichen Wellenlängenintervall.

HOLLIDAY benützte für seine Untersuchungen Echelettegitter, die speziell für den Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlung gefertigt waren und deren Reflexionsvermögen für eine bestimmte Wellenlänge und Ordnung maximal ist.

Der augenfälligste Vorteil dieser photoelektrischen Empfänger ist ihre gegenüber dem Film erheblich größere Empfindlichkeit. Spektren, die eine Belichtungszeit von mehreren Stunden erforderten, können trotz stark verminderter Röhrenleistung in wenigen Minuten registriert werden. Dazu kommt noch, daß die photoelektrischen Impulse direkt gezählt werden und man die Messung damit dauernd unter Kontrolle hat, während bei der photographischen Registrierung zu der langen Belichtungszeit noch die ganze Prozedur des Entwickelns und Photometrierens hinzukommt.

Auf Grund der kurzen Registrierzeiten konnte schon KINGSTON feststellen, daß zwei Spektren, die in einem Abstand von 10 Minuten aufgenommen wurden, stark voneinander abwichen. FISHER, CRISP und WILLIAMS (8) stellten bei einem Druck von 10^{-5} - 10^{-6} Torr quantitative Untersuchungen über die zeitliche Abhängigkeit der Intensität bei konstanter Wellenlänge an und fanden eine von der Substanz abhängige und innerhalb weniger Minuten merklich fortschreitende Verminderung der Impulsrate, für die sie die Oberflächenoxydation und den sich unter dem Einfluß des Elektronenbombardements auf der Antikathode niederschlagenden Kohlenstoff verantwortlich machten.

Untersuchungen dieser Art wurden überhaupt erst durch die Verwendung photoelektrischer Empfänger möglich. Aus den oben erwähnten Arbeiten ist zu entnehmen, daß man, um die ungestörten Spektren zu erhalten, entweder zu möglichst kurzen Registrierzeiten übergehen, oder aber die Ursachen, die die Veränderung

der Spektren bewirken, beseitigen muß. Das ist nur durch eine Verbesserung des Vakuums möglich.

In der vorliegenden Arbeit wird über einen Spektrographen berichtet, der für den Wellenlängenbereich zwischen 40 und 600 Å konstruiert ist, die Vorteile des SEV und des Echelettegitters in sich vereinigt, und der es außerdem gestattet, auf Grund eines um mehrere Zehnerpotenzen verbesserten Vakuums die störenden Einflüsse von Sauerstoff und Kohlenstoff soweit zurückzudrängen, daß sie einerseits während der relativ kurzen Registrierdauer das Spektrum des zu untersuchenden Materials nicht wesentlich beeinträchtigen, andererseits aber für sich untersucht und, soweit sie sich auf das Spektrum auswirken, bei der Auswertung eliminiert werden können. Um einen Anschluß an frühere Messungen zu bekommen, besteht die Möglichkeit, auf konventionelle Weise mit der Photoplatte zu arbeiten.

Das Bedürfnis, einen solchen Spektrographen zu bauen, ergab sich im Verlauf der von KERN (38) und KRÄMER (43) im Institut durchgeführten Messungen der Si K-Spektren von Silicium, Siliciumdioxid und Siliciumcarbid. Zusammen mit den Literaturwerten waren damit bei diesen Stoffen alle Spektren aller Bindungspartner bekannt, und es schien möglich, durch einen Vergleich dieser Spektren die wirkliche Form des Valenzbandes zu ermitteln. Bei der Betrachtung der Si L-Spektren fällt jedoch auf, daß sie bemerkenswert wenig strukturiert sind und nur schwachausgeprägte Extrema besitzen. Daher war eine Überprüfung gerade dieser Ergebnisse erwünscht.

Während der ersten Probemessungen und der Aufnahme einer Eichkurve des Spektrographen ergaben sich neue Probleme, sodaß die Messungen auf Aluminium, Niob, Beryllium und auf einige Oxide dieser Elemente ausgedehnt wurden. An zwei Beispielen wird auch die zeitliche Veränderung des Intensitätsverlaufs von Spektren näher studiert.

Wohl zeigen Theorie und Experiment hinsichtlich der allgemeinen Form der Banden übereinstimmende Züge, doch ist die Theorie noch nicht so weit entwickelt, daß ein weitergehender quantitativer Vergleich mit dem Experiment möglich wäre. Andererseits

zeigen gerade die hier vorliegenden Messungen, daß auch bei den experimentellen Untersuchungen zwischen den Ergebnissen verschiedener Autoren erhebliche Unterschiede bestehen.

Aus diesem Grund erfolgt in der vorliegenden Arbeit ein Vergleich der Experimente mit den theoretischen Überlegungen zur Bandstruktur nur in wenigen Fällen. Es wird vor allem versucht, die Ursache der unterschiedlichen experimentellen Ergebnisse und die vielfältigen Störeinflüsse herauszuarbeiten.

II. Der Spektrograph.

1. Mechanischer und vakuumtechnischer Aufbau der Anlage.

In Abb. 1 ist die gesamte Apparatur zu sehen; die Abb. 2 und 3 zeigen den Spektrographen bzw. die Röntgenröhre in geöffnetem Zustand; Abb. 4 gibt in schematischer Darstellung einen Überblick über die Versuchsanordnung.

Das Spektrographengehäuse besteht aus einer kreisförmigen, vertikalen Frontplatte (Durchmesser 710 mm), die an einem Rahmen aus starken U-Eisen befestigt ist, und einem horizontal liegenden Kessel (Durchmesser 600 mm, Länge 1540 mm), der auf Schienen gegen die Frontplatte geschoben werden kann. Die größte Höhe der Apparatur beträgt 1,35 m. Alle Metallteile des Spektrographen sind aus nichtrostendem austenitischen Stahl hergestellt.

An der Frontplatte sind außen die Diffusionspumpen mit Kühlfallen und Ventilen befestigt; auf der Vakuumseite ist ein horizontaler, rechteckiger Rahmen montiert, der als Montagefläche für die Röhre und den röntgenoptischen Aufbau dient.

Wegen der hohen Anforderungen an das Vakuum wurde die Röntgenröhre nicht, wie üblich, außen am Spektrographentopf angeflanscht, sondern innerhalb des Spektrographen montiert, sodaß sie allseitig vom Hochvakuum (HV) umgeben ist.

Die Röntgenröhre wurde als innere Glocke im Sinne des von der Firma LEYBOLD (10) entwickelten Doppelglockenprinzips konstruiert. Dabei befindet sich im HV ein dünnwandiger zylindrischer Topf, der UHV-Behälter, der mit einer eigenen Diffusionspumpe verbunden ist. Dieser Topf kann zur Entgasung der Innenteile durch eine Niederspannungsheizung leicht auf 400 bis 450°C erhitzt werden, wobei die Wand des Topfes als Heizwiderstand dient. Die Stromzuführungen befinden sich am Deckel und Boden des Topfes. Neben der Tatsache, daß die zur Erreichung eines Vakuums unter 10^{-6} Torr unerläßliche Ausheizung relativ einfach bewerkstelligt werden kann, bietet die Doppelglockenkonstruktion einen weiteren Vorteil. Wegen des ziemlich geringen Druckunterschiedes zwischen HV und UHV brauchen an die

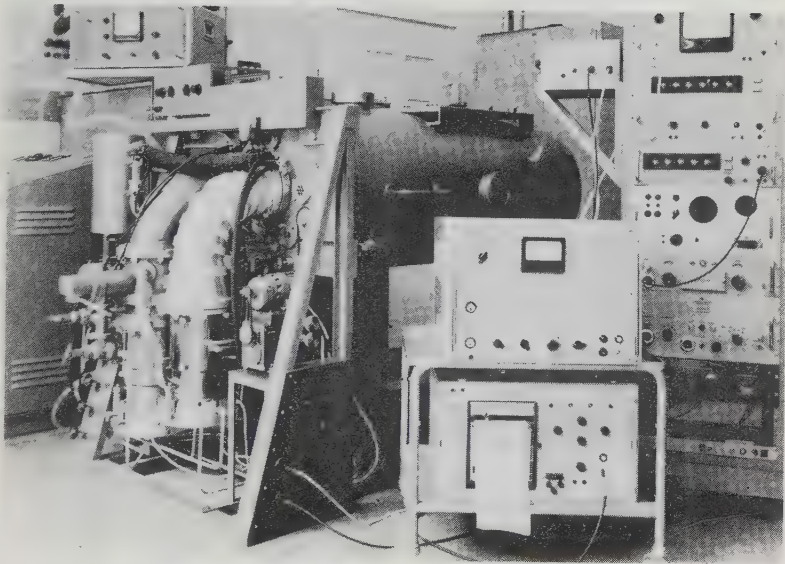


Abb. 1 Gesamtansicht der Apparatur
(elektrische Installation noch nicht vollständig)

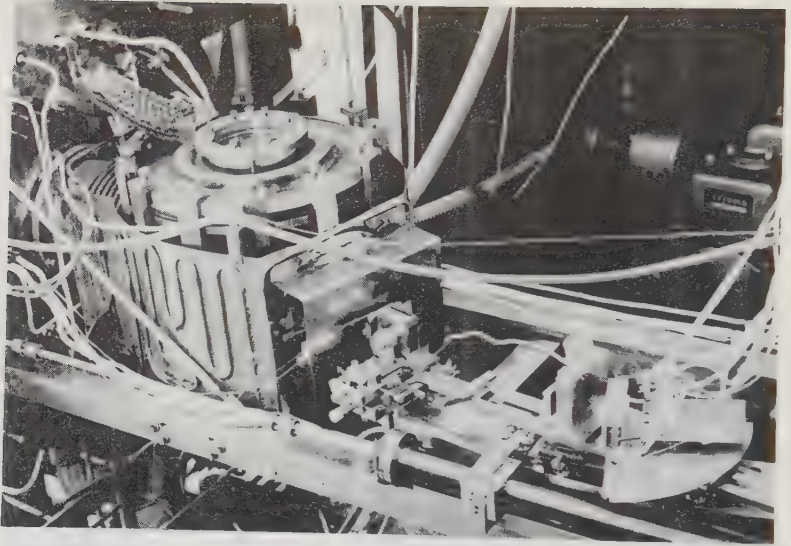


Abb. 2 Innenansicht des Spektrographen

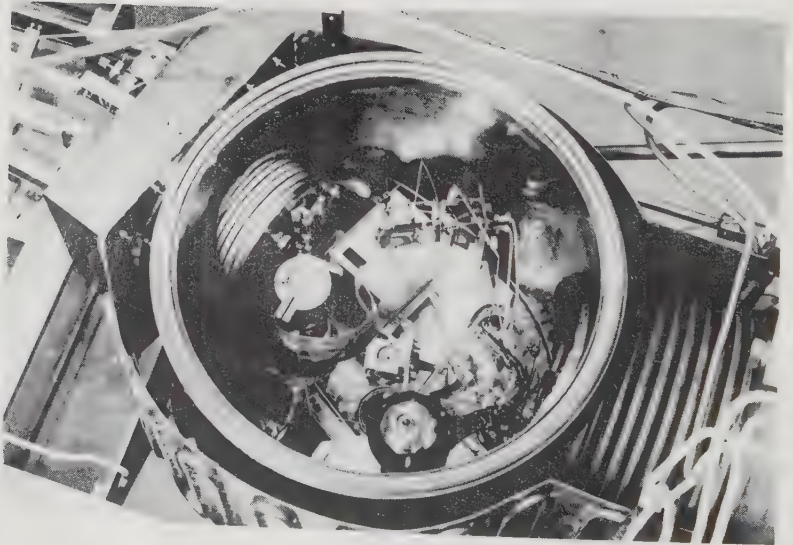


Abb. 3 Röntgenröhre (geöffnet)

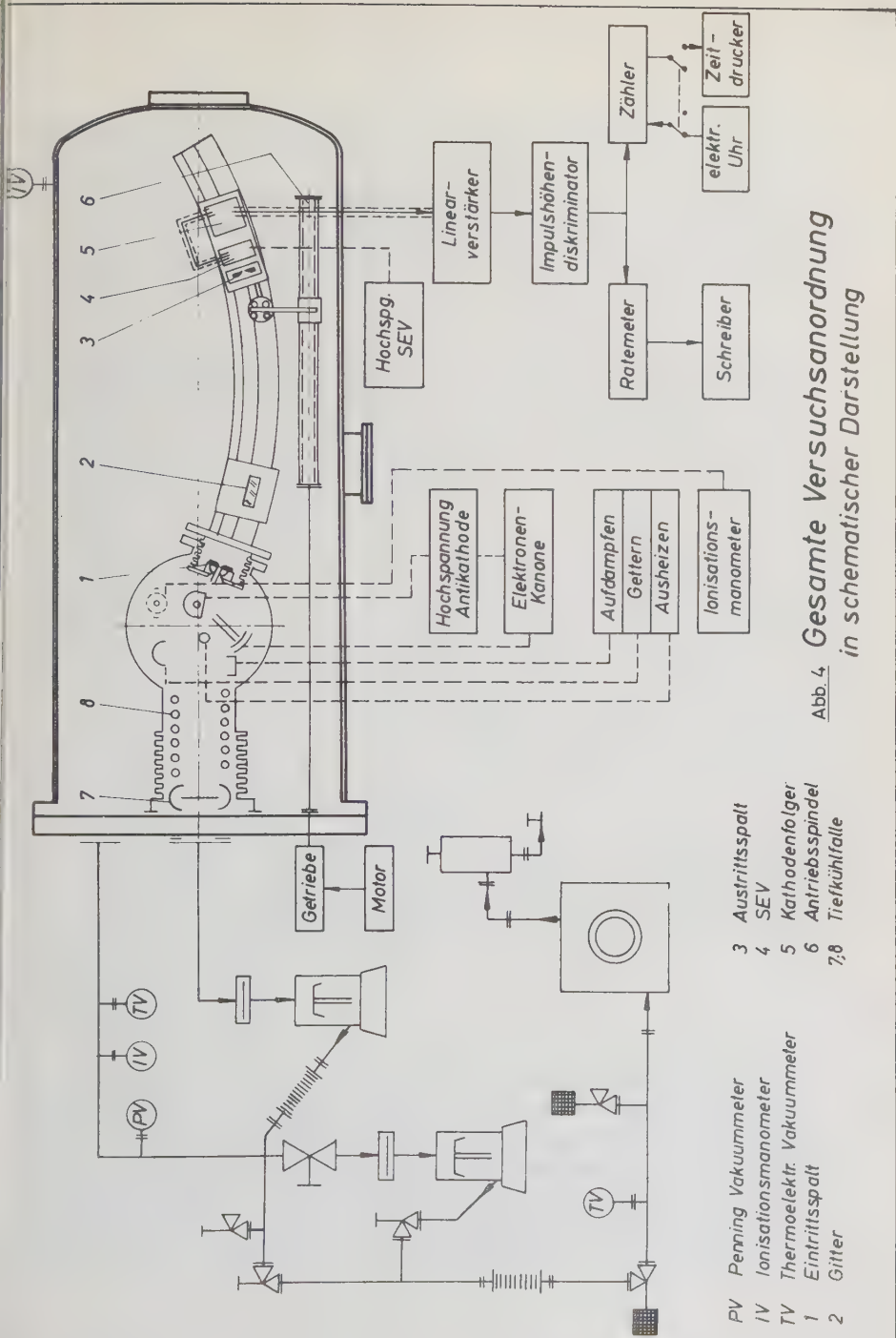


Abb. 4

Dichtungen bei weitem keine so hohen Anforderungen gestellt zu werden, wie bei einem direkten Übergang von Atmosphärendruck zu UHV. Als Dichtungen dienen Kupferringe, deren Querschnitt ein Quadrat mit vertikal stehender Diagonale bildet. Solange man beim Festpressen den Elastizitätsbereich nicht überschreitet, kann derselbe Dichtungsring mehrfach verwendet werden.

Der die Röhre mit der UHV-Pumpe verbindende Rohrbogen ist mit einem Heizband umwickelt und kann ebenfalls ausgeheizt werden. Die regelbaren Spannungen für das Ausheizen der Röntgenröhre (10 V; 10 kVA) und des Rohrbogens (220 V; 500 W), sowie für den Aufdampfofen (40 V; 2,5 kVA) können einem Schaltpult (links in Abb.1) entnommen werden.

Der Spektrograph ist mit zwei 500-Liter-Öldiffusionspumpen bestückt. Eine DO 501 evakuiert den Spektrographen und dient gleichzeitig als Vorpumpe für die UHV-Pumpe DO 503. Das Vorvakuum wird von einer Gasballastpumpe D 25 erzeugt. Der genaue Schaltplan der Vakuumapparatur ist aus Abb.4 ersichtlich.

Zur Verbesserung des Vakuums und zum schnellen Erreichen niedriger Drucke sind in der UHV-Pumpleitung noch zwei Tiefkühlfallen angeordnet, die mit flüssiger Luft beschickt werden können. Die flüssige Luft wird in zwei getrennten Leitungen durch die Kühlfallen hindurchgesaugt.

Der vakuumtechnische Teil der Apparatur, einschließlich des Röhrenkörpers der Röntgenröhre, überschritt die Möglichkeiten unserer Institutswerkstatt und wurde deshalb in Zusammenarbeit mit der Firma Leybold-Hochvakuum-Anlagen GmbH, Köln, geplant und in Köln gebaut.

2. Die Röntgenröhre.

Im folgenden werden die einzelnen Teile der Röntgenröhre beschrieben, die in ihrem Aufbau wenig Ähnlichkeit mit einer normalen Röntgenröhre hat. Sie enthält außer der Elektronenkanone und der Antikathode Vorrichtungen zum Aufdampfen und Gettern.

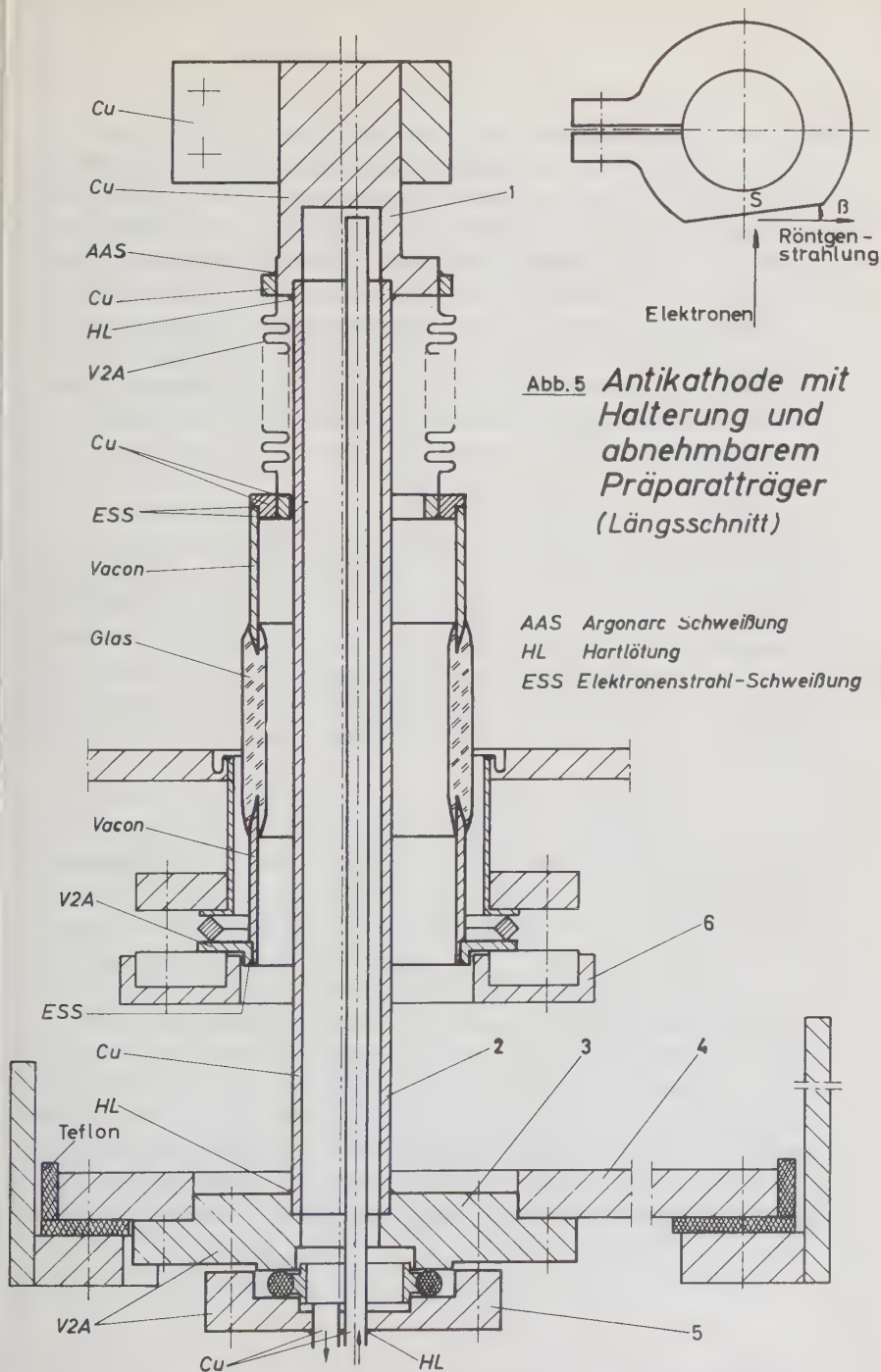
Der Röhrenkörper. Wie bereits erwähnt, ist der Röhrenkörper der Röntgenröhre als dünnwandige ausheizbare UHV-Kammer ausgebildet

worden. Der Röhrenkörper besteht aus drei Teilen, die nach Lösen der zur Vakuumdichtung und für den Ausheizstrom nötigen Klammerverbindungen von einander abgehoben werden können: einer Bodenplatte, der Außenwand und dem Deckel.

Die Bodenplatte enthält 8 Öffnungen von je 50 mm $\varnothing$, an die elektrische und mechanische Durchführungen vakuumdicht angeflanscht werden können und eine Öffnung von 60 mm $\varnothing$ für die Antikathode. Abb. 5 zeigt am Beispiel der Antikathode das Schema einer solchen Durchführung. - Die Außenwand besteht aus einem 0,2 mm starken Blechzylinder von 30 cm $\varnothing$ und 25 cm Höhe und hat zwei einander fast gegenüberliegende Öffnungen zum Anflanschen der Saugleitung und der Spalthalterung. - Ein Schauglas im Deckel ermöglicht die Beobachtung von Vorgängen im Röhreninnern.

Die Antikathode. Die Antikathode ist in Abb. 5 im Längsschnitt dargestellt. Der zylinderförmige Anodenkopf 1 ist über ein Kupferrohr 2 (20x2) mit dem Flansch 3 verbunden. Die mechanische Befestigung der Antikathode erfolgt an der mit Teflonstreifen hochspannungsisoliert montierten Trägerplatte 4, die sich unterhalb der Röntgenröhre im Spektrograph befindet und durch eine fixierbare Dreipunktaufstellung so einjustieren läßt, daß Flansch 3 horizontal, genau unter der im Röhrenboden für die Einführung der Antikathode vorgesehenen Öffnung und im richtigen Abstand von dieser Öffnung liegt. Die in der Zeichnung strich-doppelpunktierte Mittellinie von Kupferrohr und Anodenkopf liegt 2,5 mm neben der strichpunktiert gezeichneten Mittellinie von Flansch und Röhrenöffnung. Auf diese Weise kann durch Drehen des Flansches der Anodenkopf um $\pm 2,5$ mm seitlich aus seiner Mittelstellung herausgedreht und in eine durch die optische Achse festgelegte optimale Stellung gebracht werden.

Die Antikathode wird mit Wasser gekühlt. Da der Flansch 5, der mit Flansch 3 vakuumdicht verschraubt werden muß, wegen der aus Kupferrohr bestehenden Kühlwasserleitung nicht beweglich ist, kann die Antikathode zur Justierung nicht um beliebige Winkel gedreht werden, sondern jeweils nur um 30° . Dies ist jedoch für die Justierung völlig ausreichend.



Wie Abb. 5 zeigt, ist die Antikathode teilweise von einem rohrförmigen Mantel umgeben, der sich zusammensetzt aus einem Faltenbalg, einem Rohrabschnitt, bestehend aus einer Metall-Glas-Metallverbindung, und einem kleinen Flansch, der über einem Kupferdichtring mit dem Flansch der Röntgenröhre verbunden werden kann. Dieser Mantel hat die Aufgabe, den UHV-Raum gegen den HV-Raum abzudichten. Dabei soll der Faltenbalg die durch das zweimalige Anflanschen der Anode bedingten Spannungen beim Festschrauben und beim Ausheizen der Apparatur aufnehmen. Der Glaskörper isoliert die auf Hochspannung liegende Anode gegen die Röntgenröhre. Als Stromzuführung dient die Kühlwasserleitung.

Für die Glas-Metallverbindung wurde Vacon 12 und Glas 1447 verwendet, weil sich diese Verbindung leicht herstellen läßt und Ausheiztemperaturen von einigen hundert Grad gut verträgt. Der Faltenbalg und der kleine untere Flansch sind aus nicht-rostendem Stahl, die Ringe beim Übergang vom Faltenbalg auf das Vaconrohr aus Kupfer hergestellt. Der Faltenbalg wurde bis zum Anodenkopf hochgezogen um die kritische Schweißstelle zwischen Anodenkopf und Kupferrohr aus dem UHV-Raum herauszunehmen.

Wegen der zahlreichen, zum Teil eng benachbarten, sowie aus verschiedenen Materialien und solchen verschiedener Stärke bestehenden Verbindungen wurden Hartlötung, Elektronenstrahl- und Argonarc-Schweißung angewandt. Die Art der Verbindung und das Material sind in Abb. 5 angegeben. Fehlt ein Hinweis, so handelt es sich um nichtrostenden Stahl.

Da aus Platzgründen die Öffnung in der Trägerplatte 4 nicht so groß gemacht werden konnte, daß der untere Ring 6, der zum Festpressen der Metalldichtung dient, hindurchgeht, wurde der Ring aus zwei Halbringen mit U-Profil und zwei genau in sie hineinpassenden Halbringen mit Rechteckprofil zusammengesetzt. Die Nahtstellen der beiden Ringe sind um 90° gegeneinander versetzt. Auf diese Weise ist der Ring in sich stabil und kann nachträglich im Spektrographen zusammengesetzt werden.

Der Einbau und die Justierung der Anode sind sehr zeitraubend und mühsam. Um ein häufiges Auswechseln der Anoden zu vermeiden, wurden deshalb mehrere ring- und hutförmige Zusatzeile entworfen, die an dem Anodenkopf befestigt werden und auf die die zu untersuchende Substanz als Aufdampfschicht, als Plättchen oder in Pulverform aufgebracht wird. Als Beispiel zeigt Abb. 5 oben rechts einen ringförmigen Aufsatz, der über den Anodenkopf geschoben und festgeschraubt wird. An der Stelle S treffen die Elektronen auf die Anode. Die Strahlung wird unter dem Winkel β abgenommen. Der ringförmige Aufsatz hat nicht nur den Vorteil, daß er sich leicht auswechseln läßt, ohne daß die übrige Anodenjustierung beeinflußt wird, sondern er gestattet auch eine einfache Änderung des Winkels β .

Mit der Aufdampfvorrichtung sollen Materialien im Vakuum aufgedampft und unmittelbar danach untersucht werden. Das Aufdampfgut wird durch Widerstandsheizung verdampft. Der Dampfstrahl ist dabei schräg von unten nach oben auf die Anode hin gerichtet und wird durch Blenden eingeengt. Unmittelbar vor der Anode ist noch eine bewegliche Klappe eingebaut, mit der der Dampfstrahl unterbrochen werden kann.

Als Gettervorrichtung dient ein mit Titandraht umwickelter Molybdändraht. Das Titan dampft durch Widerstandsheizung ab und schlägt sich auf dem die Anordnung umgebenden Glasrohr nieder. Das Rohr ist so gebogen, daß kein Titan auf direktem Weg in die Röntgenröhre gelangen kann.

Die Elektronenkanone soll einen Elektronenstrahl erzeugen, ihn aus der geradlinigen Flugbahn ablenken und auf die Antikathode fokussieren. Sie ist vom Pierce-Typ und wurde von NEDDERMEYER im Rahmen seiner Diplomarbeit gebaut und beschrieben (11).

Abb. 6 zeigt den Aufbau und die Abmessungen der Elektronenkanone. Ein heizbares Wolframband sitzt in der rechteckigen Öffnung des Kathodenblechs K. Im Abstand von etwa 10 mm steht das Anodenblech A, das für den Durchtritt der Elektronen ebenfalls eine rechteckige Öffnung hat. Das Anodenblech ist auf gleichem Potential wie die Antikathode und mit dieser verbunden. Die drei parallel zum Elektronenstrahl angeordneten Plattenpaare

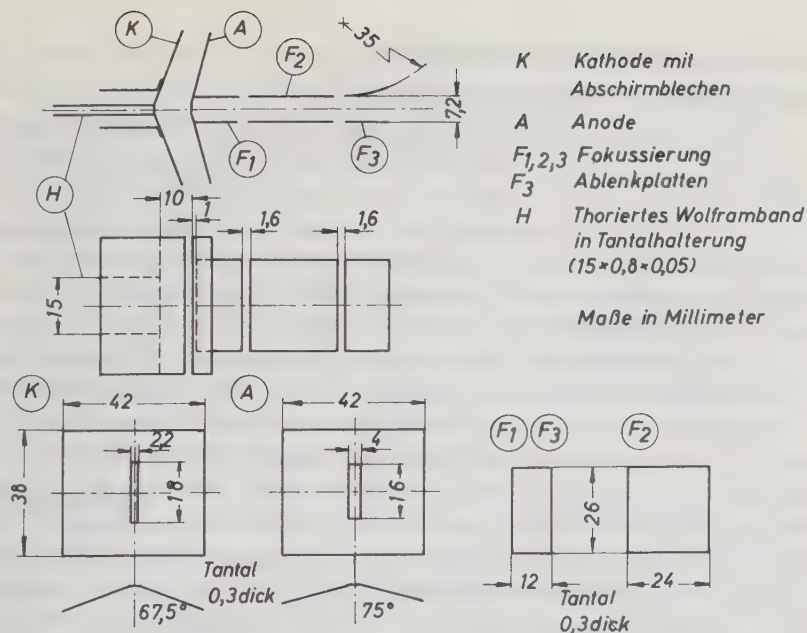


Abb. 6 Elektronenkanone (nach Neddermeyer; leicht abgeändert)

F₁, F₂ und F₃ hinter dem Anodenblech wirken als elektrostatische Sammellinse variabler Brechkraft. Liegt an dem Plattenpaar F₃ nicht, wie üblich, die Anodenspannung U_A, sondern eine zur Anodenspannung symmetrische Spannung, so kann das letzte Plattenpaar als Ablenk Kondensator verwendet werden. Der Abstand zwischen Ablenk Kondensator und Antikathode beträgt etwa 60 mm.

Alle Spannungen sind stabilisiert. Die Kanone liefert einen auf der Antikathode fokussierten und bis zu ungefähr 10×20 mm² großen Brennfleck. Die Stromstärke des Elektronenstrahls läßt sich zwischen 0 und 12 mA variieren. Der Strahlstrom wird mittels einer transistorisierten Regeleinrichtung durch Veränderung des Heizstroms gesteuert. Dabei bleiben die Abweichungen des Strahlstroms vom Sollwert unter 0,2%.

3. Die elektronische Ausstattung.

Der Sekundärelektronenvervielfacher (SEV).

Für die photoelektrische Registrierung der Röntgenstrahlung dient ein SEV ¹⁾, der stark von den üblichen Konstruktionen abweicht. Deshalb soll er hier kurz beschrieben werden. Der SEV besteht im wesentlichen aus zwei parallelen hochohmigen Schichten, durch die ein Strom fließt. Dadurch erhält man längs der Schichten ein Spannungsgefälle. Die Spannungen sind dabei so gewählt, daß Elektronen, die aus einer Platte austreten, zur anderen Platte hin beschleunigt werden. Senkrecht zum elektrischen Feld und zur Flugbahn sind Permanentmagnete angeordnet, die die Elektronen auf einer gekrümmten Bahn wieder auf die Ausgangsplatte zurückkehren lassen. Dort können sie Sekundärelektronen auslösen, die ihrerseits den Vorgang wiederholen. Das Resultat ist (nach einer Verstärkung von etwa 10^7) eine Lawine von Elektronen, die auf einen zur Längsrichtung der Platten senkrecht gestellten Auffänger treffen. Dieser Auffänger ist unmittelbar mit dem Gitter des nachgeschalteten Kathodenfolgers verbunden. Die Impulse gelangen nun aus dem Spektrographen in einen Meßschrank ²⁾, bestehend aus Verstärker, Einkanaldiskriminator, Zählgerät bzw. Ratemeter und Schreiber ³⁾. Eine elektronische Uhr und ein Zeitdrucker vervollständigen die Anlage.

Bei großen Zählraten und bei Übersichtsmessungen wird das Spektrum kontinuierlich aufgenommen und sofort vom Schreiber registriert. Das Spektrum kann aber auch - was besonders bei kleinen Zählraten wichtig ist - punktweise ausgemessen werden, indem man für jeden Meßpunkt entweder eine bestimmte Zeit vorgibt und die dazugehörige Impulszahl abliest oder auch durch Vorwahl einer bestimmten Impulszahl. Dann wird die dazugehörige Zeit automatisch vom Zeitdrucker registriert. Letzteres Verfahren wird man besonders dann anwenden, wenn für jeden Punkt eines Linienprofils der gleiche prozentuale Fehler gefordert wird

1) Hersteller: Bendix Corp., USA

2) Hersteller: Firma Frieseke & Höpfner, Erlangen-Bruck

3) Hersteller: Firma Höfler, Ettlingen/Baden, Elektronische Meßgeräte

Die Photokathode, auf die die Photonen auftreffen und die ersten Elektronen auslösen, besteht aus Wolfram. Dadurch spricht der SEV erst auf eine Strahlung unterhalb von 1500 Å an. Das hat den großen Vorteil, daß man den SEV nicht vor sichtbarem Licht schützen muß.

Die Hochspannung.

Die Beschleunigungsspannung für die Röntgenröhre und die Hochspannungen für die Elektronenkanone werden dem Hochspannungsnetzgerät HNG 5000 ¹⁾ (max. 5 kV, 20 mA), die Spannungen für den SEV dem Hochspannungsnetzgerät 4045 ²⁾ (max. 3,6 kV, 20 mA) entnommen und über variable Spannungsteiler den einzelnen Elektroden zugeführt. Beide Geräte liefern eine auf 0,01% elektronisch stabilisierte Hochspannung.

Vakuummessung.

Das UHV in der Röntgenröhre wird mit einem Ionisationsmanometer IM IV ³⁾ gemessen. Das Meßsystem der Bayard-Alpert-Meßröhre ist dabei offen in der Röntgenröhre montiert. Die weiteren Vakuummeßstellen sind aus Abb. 4 ersichtlich und mit Ionisationsmanometerrohren IM III ³⁾, einem Penningmanometer und thermoelektrischen Meßröhren (Combitron ³⁾) bestückt.

4. Die Röntgenoptik.

a. Allgemeine Überlegungen.

Bei Spektrographen mit nur photographischer Registrierung können Spalt, Gitter und Photokassette auf einer ebenen Grundplatte so aufgestellt werden, daß die Rowlandbedingung erfüllt ist (vgl. MAGNUSSON (4)). Die mechanische Realisierung des Rowlandkreises ist nicht nötig. Bei photoelektrischer Registrierung muß jedoch der Strahlungsempfänger an dem Rowlandkreis entlang geführt werden. Dies kann im wesentlichen auf dreierlei Art geschehen:

Herstellerfirmen: ¹⁾ Knott, Elektronische Geräte, München
²⁾ Hamner, Princeton, N.J., USA
³⁾ Leybold, Köln

a) Man benützt die Apparatur nur in einem kleinen Wellenlängenbereich und ersetzt den Kreisbogen durch eine Gerade. Man hat dann nur zwei Stellen, an denen das Spektrum scharf abgebildet wird. Solche Geräte existieren bis jetzt noch nicht. Der Justierfehler ließe sich verkleinern, wenn man Gitter mit großem Radius nähme. Damit würde aber die Dispersion wachsen und intensive Quellen wären nötig oder sehr empfindliche Strahlungsempfänger. Man könnte sich den Einsatz solcher Geräte dort vorstellen, wo keine allzu großen Anforderungen an das Auflösungsvermögen gestellt werden, z.B. bei der quantitativen oder qualitativen Spektralanalyse. Ein so konstruiertes Gerät könnte in seinen Abmessungen sehr klein gehalten werden.

b) Der Mittelpunkt und ein Radius des Rowlandkreises werden realisiert. Man hat dann im Mittelpunkt ein Lager und einen langen Arm, an dem außen der Empfänger sitzt. Der Arm wird mit einem Rad auf einer geschliffenen und genau justierten Planplatte geführt. Die Vorteile einer solchen Konstruktion sind, daß sie einfach und genau zu realisieren und der technische Aufwand gering ist, und daß man durch Änderung der Länge des Armes leicht den Radius variieren und an das Gitter anpassen kann. Der Nachteil eines solchen Gerätes ist, daß mit zunehmendem Gitterradius das Gerät schnell sehr groß wird. Es existieren Geräte mit 1-m-Gittern von HOLLIDAY (7), LUKIRSKII (12), ROGERS und CHALKLIN (6).

c) Man realisiert eine kreisförmige Laufläche mit genau dem halben Gitterradius (im folgenden kurz Rowlandschiene genannt) und führt den Strahlungsdetektor an dem Kreis entlang. Dabei benötigt man nicht den ganzen Kreis, sondern nur einen Teil. Solche Geräte wurden von KINGSTON (5), CATTERALL, WILSON und TROTTER (13), FISHER, CRISP und WILLIAMS (8) gebaut. Ihr Vorteil besteht darin, daß die Breite des Gerätes unabhängig vom Gitterradius klein gehalten werden kann. Die Länge ist durch den gewünschten Wellenlängenbereich gegeben. Mit dem geplanten Radius der Schiene legt man sich allerdings auf einen bestimmten Gitterradius fest, und man muß nun die Schiene möglichst genau an diesen Gitterradius anpassen. Durch Justiermöglichkeiten

an Spalt, Gitter und Multipliewagen kann man jedoch den effektiven Radius um einige Millimeter variieren. Ein weiterer Nachteil ist, daß solche Schienen mit großen Radien schwierig in der erforderlichen Genauigkeit herzustellen sind und, daß es fast noch schwieriger ist, jemand zu finden, der sich bereit erklärt, eine solche Schiene anzufertigen; ihre Herstellung übersteigt die Möglichkeiten einer normalen Institutswerkstatt.

Einen großen Nachteil haben zahlreiche der bisher konstruierten Spektrographen gemeinsam: die Lauffläche des Wagens ist ein Teil der Montagefläche im Innern des Spektrographen. Oft wird auch der Spalt ohne direkte mechanische Verbindung mit den übrigen röntgenoptischen Teilen fest in die Spektrographenwand eingebaut. Die Justierung kann deshalb erst und nur erfolgen, wenn der Spektrograph ganz zusammengebaut und auch evakuiert ist. Für die Justierung werden im allgemeinen die Al L- und Mg L-Emissionskanten oder Funkenlinien hochionisierter Elemente, deren Lage genau bekannt ist, verwendet.

Diese Art der Justierung hat zur Folge, daß der Spektrograph jedesmal wieder belüftet und geöffnet werden muß, wenn an der Justierung Änderungen vorgenommen werden müssen.

Bei der Planung des Spektrographen wurde von vornherein angestrebt, den gesamten optischen Teil auf eine gemeinsame Unterlage zu bauen und diese so zu gestalten, daß sie als Einheit aus dem Spektrographen ausgebaut und die Justierung lichtoptisch durchgeführt werden kann.

Aus Gründen eines möglichst großen Wellenlängenbereichs schied Möglichkeit a) und wegen der Größe des Gitterradius $r = 2000 \text{ mm}$ auch b) aus.

b. Die Rowlandschiene.

Die Ausführung der Trägerplatte erfolgte in der Art, daß eine Profilschiene zwei horizontale Laufbahnen von 1000 und 975 mm Radius hat, die zur Führung des Wagens entlang des Rowlandkreises dienen. Das Profil der Schiene ist aus Abb. 13 zu ersehen. Die Schiene ist wie alle Innenteile des Spektrographen aus rostfreiem Stahl hergestellt. Die Schiene wurde gegossen, auf einer Karusselldrehbank grob bearbeitet und dann



Abb. 7 Rowlandschiene mit Spalthalterung, Gitterhalter und Multiplierwagen.



Abb. 8 Rowlandschiene mit Spalthalterung, Gitterhalter und Film- bzw. Plattenhalter.

mit einer Art improvisierter horizontal liegender Pendelschleifmaschine fein bearbeitet und schließlich geschliffen. Die letzteren Arbeiten wurden in der Versuchswerkstatt der Firma Deckel, München, ausgeführt.

Während der Bearbeitung und bei einseitiger Erwärmung verzog sich das Material immer wieder. Erst nach wiederholtem Zwischentempnern konnte die Schiene abschließend bearbeitet werden. Nach etwa einjähriger Lagerung wurde die Schiene nochmals genau vermessen. Es ergab sich, daß die vertikale Führungsbahn innerhalb von $2\ \mu$ mit einem Kreis übereinstimmt und daß lokale Änderungen mit einer μ -Uhr nicht mehr erfaßt werden können. Es hat vielmehr den Anschein, als sei dem Kreis eine langgezogene Wellenlinie mit den genannten Abweichungen überlagert. - Die ganze Schiene ist jedoch in sich etwas verwunden und in ihrer Längsachse etwas durchgebogen. Vom Ende der Schiene bei 90 cm fällt sie bis 75 cm um etwa $20\ \mu$, dann ist sie eben bis 50 cm. Bis dahin sind auch beide Bahnen stets auf gleicher Höhe. Von 50 cm bis 0 cm steigen sie wieder um $50\ \mu$ auf der Innenseite und um $100\ \mu$ auf der Außenbahn. - Die Durchbiegung von max. $100\ \mu$ wirkt sich auf die Meßgenauigkeit bei einer Spalthöhe von 10 mm nicht aus; auch die Verwindung von max. $50\ \mu$ dürfte sich nicht auswirken, weil die Veränderung langsam verläuft und gerade an der Stelle, wo die Verwindung am stärksten ist, nur der fest montierte Gitterhalter und der Spalt stehen. Beide werden nach der Außenkante justiert. An der Stelle der Bahn, wo der Wagen fährt, bleiben die Änderungen auf einer Länge von 50 cm unter $10\ \mu$. - Für den Radius der Rowlandschiene ergab sich der Wert $R = 1000,45 \pm 0,05\ \text{mm}$.

Eine Querleiste (mit Justierschrauben) am hinteren Drittel der Schiene (vgl. Abb. 7) und eine gehärtete Platte unterhalb des Gitterhalters gestatten eine Drei-Punkt-Aufstellung der Schiene.

c. Der Eintrittsspalt.

Überlegungen zur Konstruktion.

Wenn im Spektrographen ein Druck p_1 von 10^{-5} bis 10^{-6} Torr und in der Röhre ein Druck p_2 von 10^{-8} bis 10^{-9} Torr aufrecht

erhalten werden sollen, muß der Eintrittsspalt eine zweifache Aufgabe erfüllen, eine optische und eine vakuumtechnische. Durch seine Breite bestimmt er die Intensität und teilweise auch das Auflösungsvermögen der Apparatur. Andererseits wird durch seine Breite auch der Strömungswiderstand W für die vom Spektrographen in die Röhre strömende Luft bestimmt.

Welche Spaltbreite für die jeweilige Untersuchung verwendet wird, hängt in starkem Maße von der Aufgabenstellung und der dafür vorgesehenen Registriermethode ab. In der Literatur werden Spaltbreiten zwischen 2μ (4) und 100μ (13) angegeben. Die nach der Theorie optimalen Spaltbreiten sind von der Größenordnung 1μ . Dabei variieren die Spalthöhen zwischen 5 und 10 mm.

Die Saugleistung S , die notwendig ist, um eine Druckdifferenz Δp aufrecht zu erhalten, berechnet sich zu

$$S = \frac{1}{W} \cdot \frac{\Delta p}{p_2} = \frac{1}{W} \cdot \frac{p_1 - p_2}{p_2} \quad \text{Daraus folgt für } p_2 \ll p_1$$

$$S = \frac{1}{W} \cdot \frac{p_1}{p_2} \quad \left[\frac{\text{Liter}}{\text{sec}} \right] \quad (1)$$

Für eine rechteckige Öffnung der Fläche F (Breite b cm, Höhe a cm) in einer dünnen Wand, liefert die kinetische Gastheorie (für Luft von 20°C)

$$W = \frac{1}{11,6} \cdot \frac{1}{F} \quad \left[\frac{\text{sec}}{\text{Liter}} \right] \quad (2)$$

Für eine Röhre mit dem Querschnitt F , dem Querschnittsumfang U und der Länge d gilt in guter Näherung entsprechend

$$W = \frac{1}{61,6} \cdot \frac{dU}{F^2} \quad \left[\frac{\text{sec}}{\text{Liter}} \right] \quad (3)$$

In Abb. 9 sind (2) und (3) für $d = 2$ cm und für verschiedene Werte von b dargestellt; a ist dabei zu 1,0 cm angenommen. Wie man sieht, ergeben sich aus (2) für die oben genannten extremen Spaltbreiten 1μ und 100μ Strömungswiderstände von 860 bzw. 8,6 sec/Liter. Unter der Annahme $p_1 = 8 \times 10^{-6}$ und $p_2 = 2 \times 10^{-9}$ Torr folgt daraus für die erforderliche Saugleistung der Pumpe ein Wert von 4,6 bzw. 460 Liter/sec. Geht man

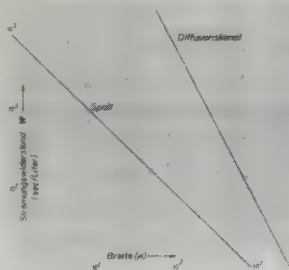


Abb. 9 Strömungswiderstand in Abhängigkeit von der Spaltbreite nach Gleichung (2) und (3) mit $a=1,0$ cm, $d=2,0$ cm.

umgekehrt von einer effektiven Saugleistung der UHV-Pumpe DO 503 von etwa 150 bis 170 Liter/sec und einer angenommenen zusätzlichen Undichtigkeit der Röhre von $1/W=2 \times 10^{-2}$ Liter/sec (14) aus, stehen für die Überbrückung der Druckdifferenz am Spalt noch 80 Liter/sec zur Verfügung. Das bedeutet nach Abb. 9, daß der Spalt höchstens 19μ breit sein darf. Ein breiterer Spalt würde zu einer Verschlechterung des Endvakuums führen.

Es muß hervorgehoben werden, daß diese Berechnung hauptsächlich orientierenden Charakter hat, denn bei den ganzen Überlegungen blieben die Saugleistung der als Kryopumpe wirkenden Rohrschlange in der Röntgenröhre und die von den Wänden und Innenaufbauten zusätzlich abgegebenen Gasmengen unberücksichtigt. Wie KIENEL (14) gezeigt hat, stimmen jedoch die berechneten Strömungswiderstände gut mit den gemessenen überein.

Um die optische und vakuumtechnische Aufgabe der Spaltanordnung von einander zu trennen und damit den Einfluß der Spaltbreite auf den Strömungswiderstand weitgehend auszuschalten, wurde der Spalt als Abschluß auf eine 20 mm lange Röhre mit rechteckigem Querschnitt - von nun an als Diffusionskanal bezeichnet - gesetzt. Aus Abb. 9 sieht man, daß ein Diffusionskanal von 360μ Breite und 20 mm Länge bereits den gleichen Strömungswiderstand wie ein 19μ breiter Spalt darstellt. Aus Sicherheitsgründen wurde die Kanalbreite noch auf 200μ herabgesetzt. Die Spaltbreite wurde auf 30μ eingestellt.

Technische Ausführung.

Die Abb. 10, 11 und 12 zeigen die Spaltkonstruktion in verschiedenen Ansichten. Abb. 10 zeigt einen Längsschnitt,

Abb. 11 die Vorderansicht vom Gitter her gesehen und Abb. 12 einen Horizontalschnitt durch Spalt und Diffusionskanal. Da die Spaltkonstruktion von der bei anderen Spektrographen üblichen Bauart abweicht und sie ein wesentliches Bauteil darstellt, soll sie etwas ausführlicher beschrieben werden.

Wie aus Abb. 12 deutlich zu sehen ist, sitzen die Spaltbacken 1 auf der Bundbüchse 2, in deren konischer Bohrung der aus zwei Hälften zusammensetzbare Diffusionskanal 3 steckt. Die Bundbüchse 2, die um ihre Längsachse etwas gedreht werden kann, steckt in einem halbzyklindrischen Block 4 und ist mit dem spaltseitigen Ende gerade so weit in den Halbzyklinder eingelassen, daß die Spaltebene mit der Mittelebene des Zylinders zusammenfällt. Auf diese Weise läßt sich der Halbzyklinder in seinem Lager 5 verdrehen, ohne daß der bereits justierte Spalt seine Lage zum Rowlandkreis ändert. Durch Drehen von 4 kann die Längsachse des Diffusionskanals justiert und auf den Gittermittelpunkt gerichtet werden. Der Halbzyklinder 4 sitzt auf einem kleinen, in der Höhe verstellbaren Tischchen und hat oben und unten eine ebenfalls halbzyklindrische Einfräsung, in der eine kleine zylindrische Rolle 6 liegt. Mit Hilfe eines jochförmigen Bügels 7, der auf die Röllchen drückt, wird der Halbzyklinder 4 gegen sein Lager gepreßt. Bei Lager 5 und Halbzyklinder 4, und entsprechend bei Halbzyklinder 4 und Röhre 2, müssen die Berührungsflächen sehr gut aufeinanderpassen, um den Strömungswiderstand möglichst groß zu halten.

Die Röhre 2 ragt durch eine zentrale Öffnung des Lagerblocks 5 hindurch in die Röntgenröhre hinein und kann von dort aus mit einem Deckel verschlossen werden. Die Bewegung des Deckels erfolgt über eine Drehdurchführung von außen.

Abb. 10 zeigt, wie die Lagerplatte 5 über einen mit einem Flansch versehenen Faltenbalg vakuumdicht mit der Röhre und über ein Rohr 9 mit einer Schlittenführung 8 verbunden ist. Eine Langlochführung (s. Abb. 11) erlaubt eine Drehung des Rohres um seine Achse und damit die Vertikalstellung des Halbzyklinders.

Die Grundplatte 10 des Schlittens, die die ganze Spalthalterung trägt, wird mit zwei Winkeln 11 an einem Steg 12 befestigt,

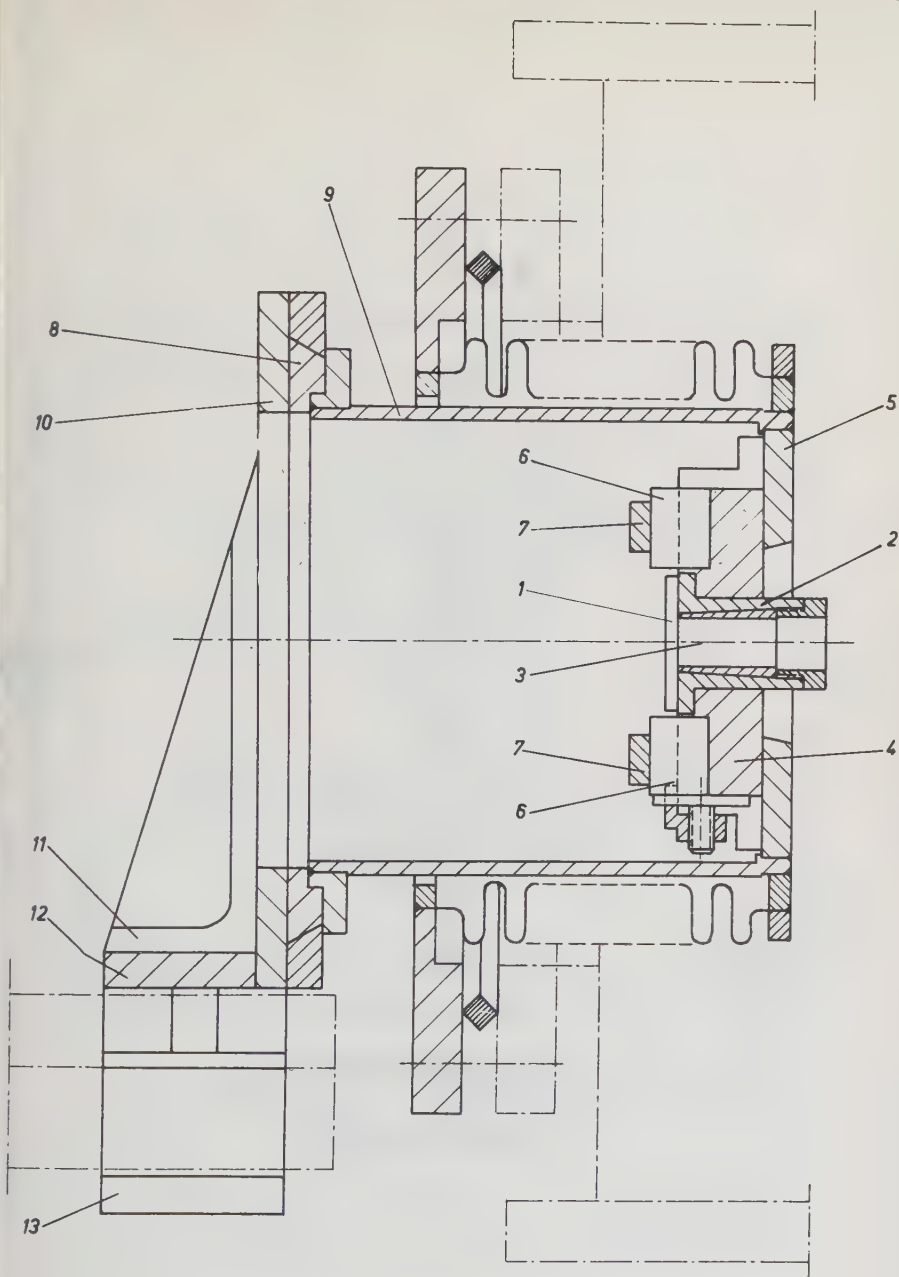


Abb. 10 **Spaltkonstruktion**
im Längsschnitt

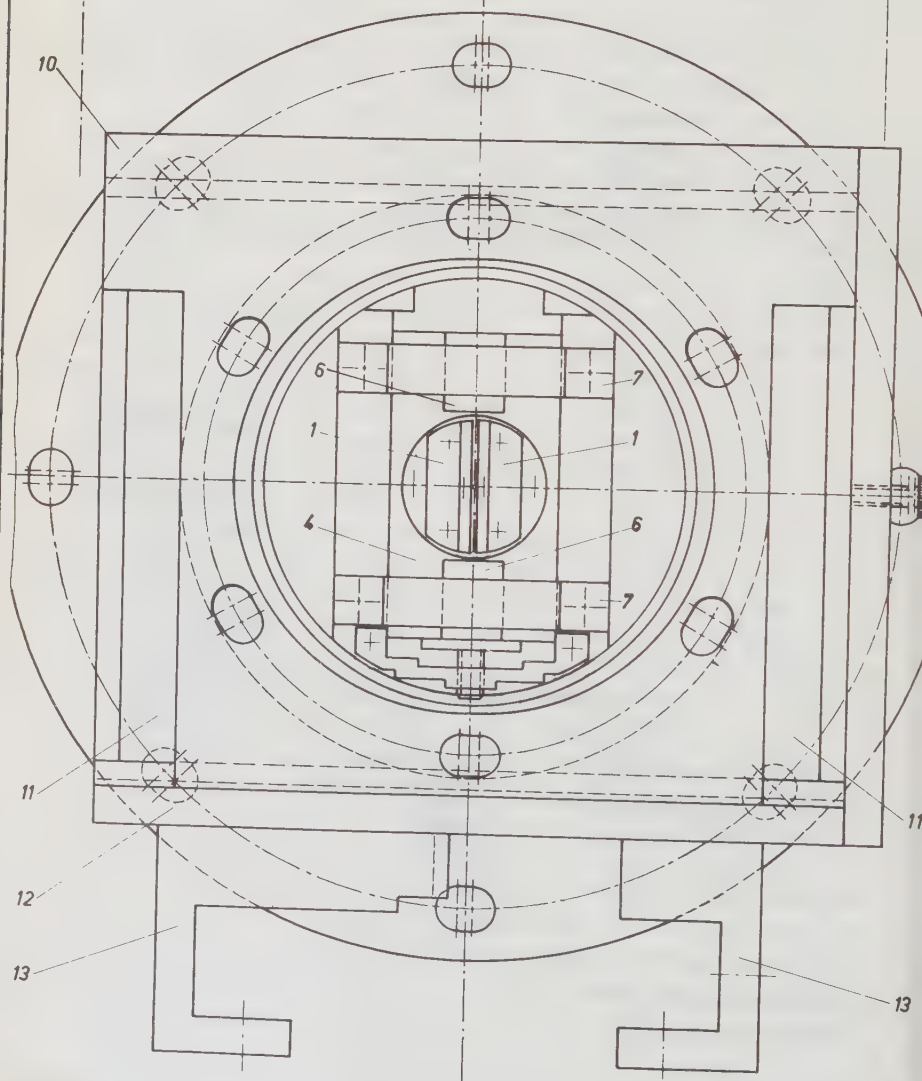


Abb. 11 *Spaltkonstruktion in Vorderansicht
(vom Gitter her gesehen)*

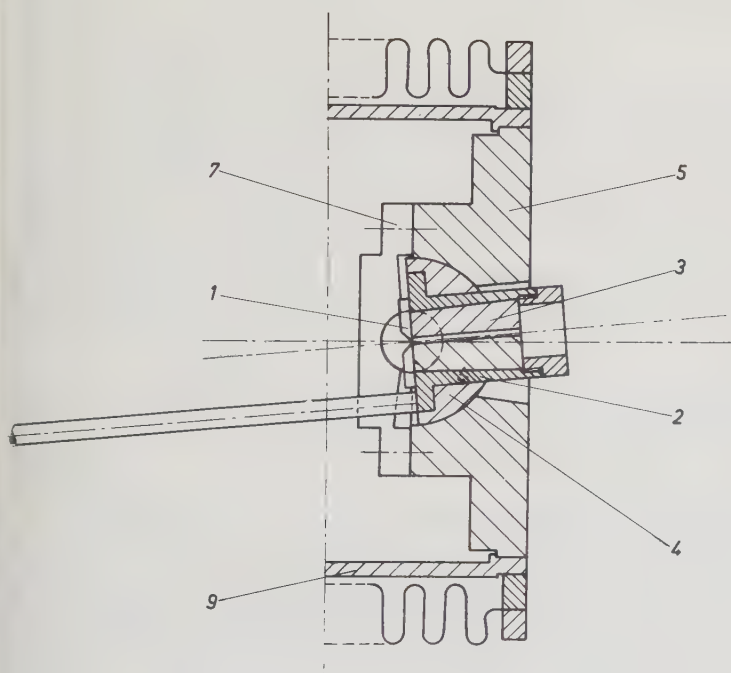


Abb. 12 *Horizontalschnitt
durch Spalt und
Diffusionskanal*

der die beiden Halteklammern 13 mit einander verbindet (vgl. Abb. 10 und 11). Diese U-förmig ausgebildeten Halteklammern umfassen die Rowlandschiene von der Seite her und werden mit Schrauben daran festgeklemt.

An der Spalthalterung wurden alle nicht lösbaren Metallverbindungen nach einem von STEIGERWALD (15) entwickelten Verfahren geschweißt. Dabei wird die zum Schweißprozeß nötige Energie mittels eines energiereichen und auf eine kleine Fläche fokussierten Elektronenstrahls zugeführt. Auf diese Weise war es überhaupt erst möglich, die empfindlichen Teile miteinander zu verschweißen, ohne daß sie sich verzogen. Die Schweißungen wurden von der Firma C. Zeiss, Oberkochen, ausgeführt.

d. Der Gitterhalter.

Die Anordnung des Gitters und der Aufbau des Gitterhalters sind aus den Abb. 13 und 14 zu ersehen. Der Gitterhalter besitzt fünf Justiermöglichkeiten: drei Drehbewegungen und zwei lineare.

Durch die beiden auf den horizontalen Flächen der Rowlandschiene sitzenden Blöcke 1 und die sie verbindende Platte 2 wird das als vertikale Führungsbahn ausgebildete Mittelstück der Rowlandschiene überbrückt. Der breitere Block 1 liegt an zwei Stellen am Rowlandkreis an (s. Abb. 13 unten). Diese Konstruktion ermöglicht es, das Gitter zur Änderung des Einfallswinkels längs der Rowlandschiene zu verschieben, ohne dabei die übrigen Justierungen zu beeinflussen.

Auf Platte 2 läßt sich mit der Mikrometerschraube 3 ein Schlitten 4 in radialer Richtung verschieben. In den Schlitten ist eine kreisförmige Platte 5 mit einem zylindrischen Ansatz eingelassen. Der Zylinder ist längs der Achse durchbohrt und kann einen Justierstift (Abb. 13a) aufnehmen. Auf dem Zylinder sitzt noch ein kugelgelagerter drehbarer Arm, der es erlaubt, die Ebene des Austrittsspalts auf dem Multipliewagen stets senkrecht zur Richtung der einfallenden Strahlung zu stellen. Der zylindrische Ansatz dient gleichzeitig zur Führung und zur Befestigung der Platte 6, die mit den Schrauben 7 um die Zylinderachse in horizontaler Richtung geschwenkt werden kann. Auf der Platte 6 läuft der Schlitten 8, mit dem

Bewegungen parallel zum Schlitten 2 ausgeführt werden können. Die Bewegung erfolgt mit der Mikrometerschraube 9.

Block 10 ist mit einer Tombakblattfeder an der Stirnseite des Schlittens 8 befestigt. Mit der Schraube 11 kann man eine Pseudodrehung des Gitters um eine in der Gitterebene liegende horizontale Achse ausführen. Die mit der Drehung verbundene Translation des Gittermittelpunktes muß durch eine Horizontalverschiebung kompensiert werden. In der konischen Bohrung des Blocks 10 steckt die eigentliche Trägerplatte 12 des Gitters. Die Schrauben 13 dienen zur Drehung und Arretierung des Gitters. Das Gitter selbst wird mit kleinen Tombakfedern gegen die beiden winkelförmigen Unterlagen gedrückt und zum Schutz gegen Berührung mit einem dünnen Blech 14 abgedeckt.

e. Das Gitter.

Bei den gegenwärtig zur Verfügung stehenden Gittern kann man zwei Typen unterscheiden.

a) Die leicht geritzten Gitter. Bei diesen, überwiegend von M. SIEGBAHN hergestellten Gittern, werden unter ganz leichtem Auflagedruck des Diamanten in eine ebene, heute meist konkave Glasoberfläche feine "Kratzer" gemacht. Der zwischen zwei solchen Rillen verbleibende Steg ist für die optischen Eigenschaften des Gitters verantwortlich. Solche Gitter werden meist mit 576 und 1152 Strichen/mm hergestellt.

b) Die Echelette-Gitter (in der angelsächsischen Literatur blazed gratings) mit sägezahnähnlichem Profil der einzelnen Stufen werden heute auch bei streifender Inzidenz im Röntgengebiet verwendet und liefern maximale Intensität für eine bestimmte Ordnung und Wellenlänge.

Nach der Gittertheorie ist bei den leicht geritzten Gittern die Hauptintensität in der nullten Ordnung zu erwarten, in einem Gebiet also, in dem sie gänzlich unerwünscht ist. HOLLIDAY (16) berichtet von einem Echelettegitter, bei dem die nullte Ordnung nicht nachgewiesen werden kann, und die gesamte Intensität auf die spektroskopisch interessanten Ordnungen verteilt ist. Nach einer mündlichen Mitteilung von Mr. Richardson, Bausch & Lomb-Werke, sind die Echelettegitter in dem Bereich

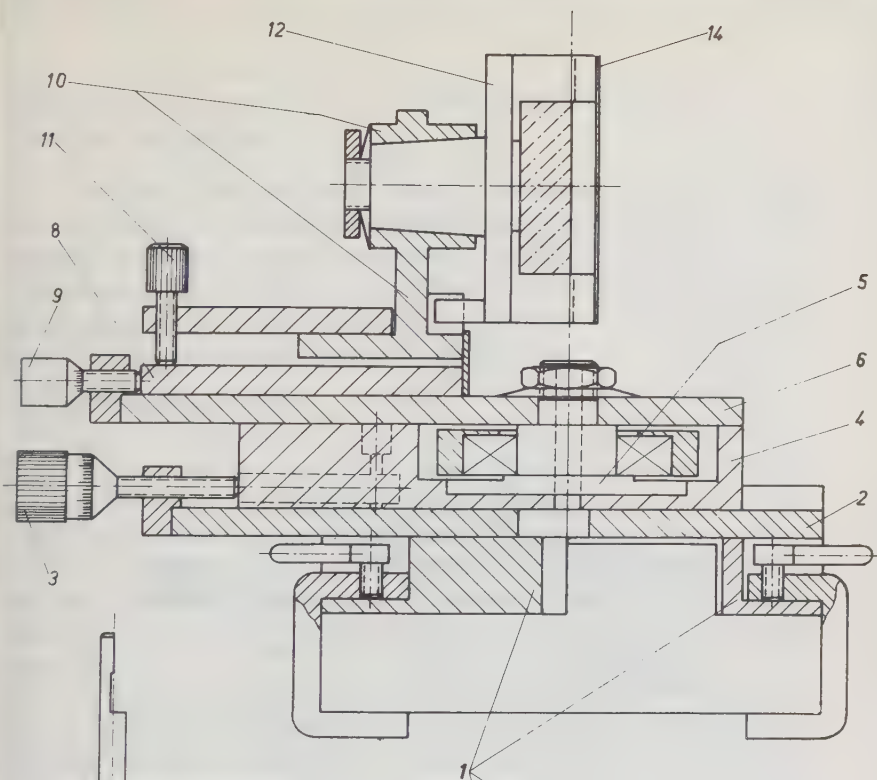
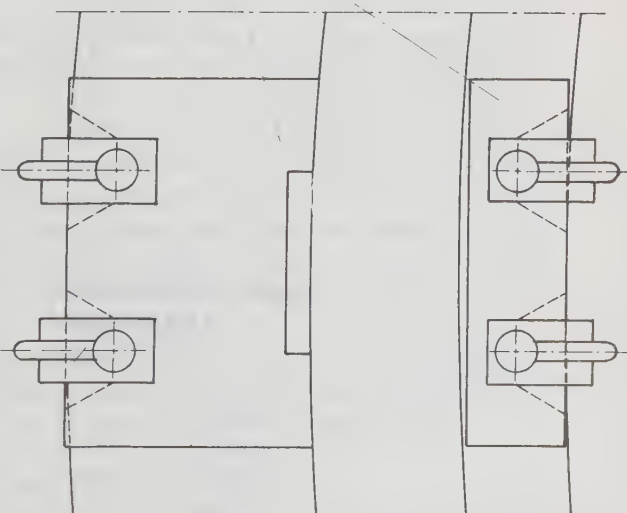


Abb. 13a Justierstift

Abb. 13 Gitterhalter
oben: im Längsschnitt
unten: Befestigung an
der Rowlandschiene



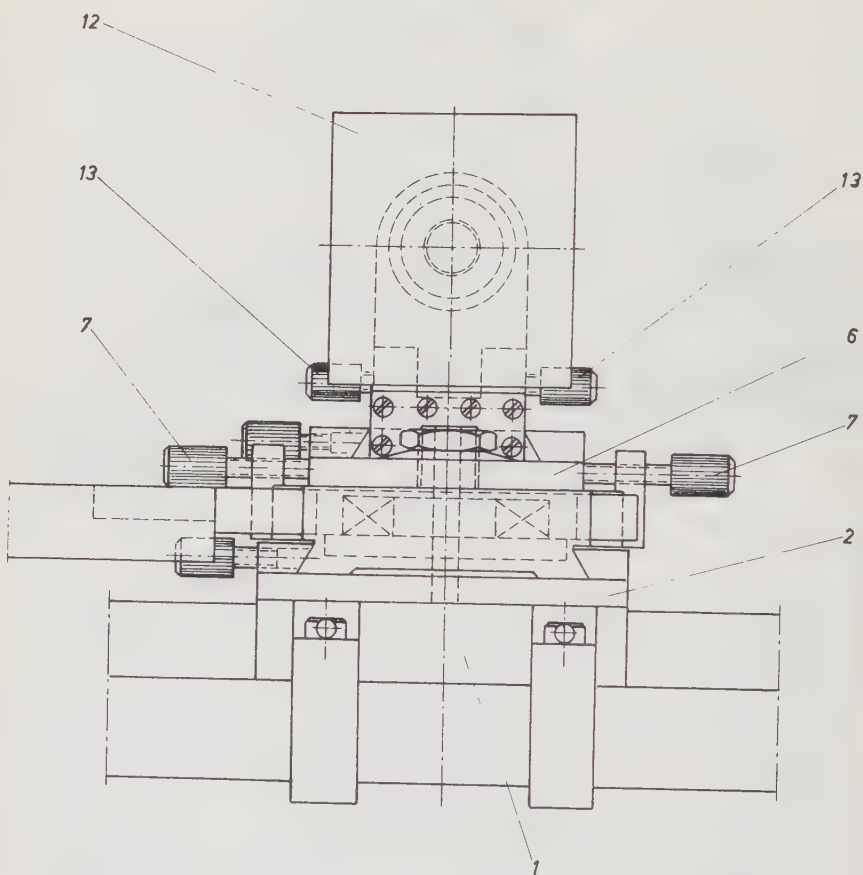


Abb. 14 Gitterhalter
in Vorderansicht

optimaler Intensität den leicht geritzten Gittern um das fünffache überlegen.

Der in der vorliegenden Arbeit beschriebene Spektrograph hat ein Echelette-Gitter mit einem Blaze-Winkel von $1^{\circ}31'$, entsprechend einem Intensitätsmaximum für $100 \text{ \AA}$ -Strahlung in 1.Ordnung, einen Radius von $1999,5 \pm 0,1 \text{ mm}$ und 600 Striche/mm . Es ist kein Original-, sondern ein sog.Replica-Gitter. Die Oberfläche ist mit Aluminium bedampft.¹⁾

f. Der Multipliewagen.

Die Abb. 15 und 16 zeigen den Multipliewagen von der Seite und von vorne. An einer Grundplatte 1 sind acht Kugellagerräder befestigt. Auf vier Rädern fährt der Wagen; zwei horizontallaufende Kugellager dienen als Führungsräder und definieren die Lage des Wagens zum Rowlandkreis. Die beiden anderen, ebenfalls horizontal laufenden Kugellager sind auf kräftige Blattfedern montiert und ziehen den Wagen an den Rowlandkreis.

In einem Abstand von 20 mm über der Grundplatte 1 ist eine zweite etwa gleich große Platte 2 so angeordnet, daß sie um eine vertikale Achse 3, die sich am vorderen Wagenende befindet, gedreht werden kann (s.Abb. 15 unten).

Zu Justierzwecken ist die Achse der Länge nach durchbohrt und auf einem Schlitten 4 gelagert, der senkrecht zur Laufrichtung des Wagens verschoben werden kann.

Um die Reibung möglichst klein zu halten, erfolgt die Drehbewegung über ein Kugellager 5. Zur Abstützung sind am Ende der Platte zwei Kugellagerräder 6 montiert, die auf einer geschliffenen Bahn der unteren Platte laufen. Die obere Platte trägt den Austrittsspalt 7, den Multiplier 8 und einen Vorverstärker 9. Der Spalt kann symmetrisch geöffnet werden und wurde für unsere speziellen optischen und vakuumtechnischen Erfordernisse von der Firma Steinheil, München, konstruiert und gebaut.

Der bei der Beschreibung des Gitterhalters bereits erwähnte kugelgelagerte, drehbare Arm setzt sich in einigem Abstand vom Gitterhalter in zwei zueinander parallelen

¹⁾ Herstellerfirma: Bausch & Lomb, USA

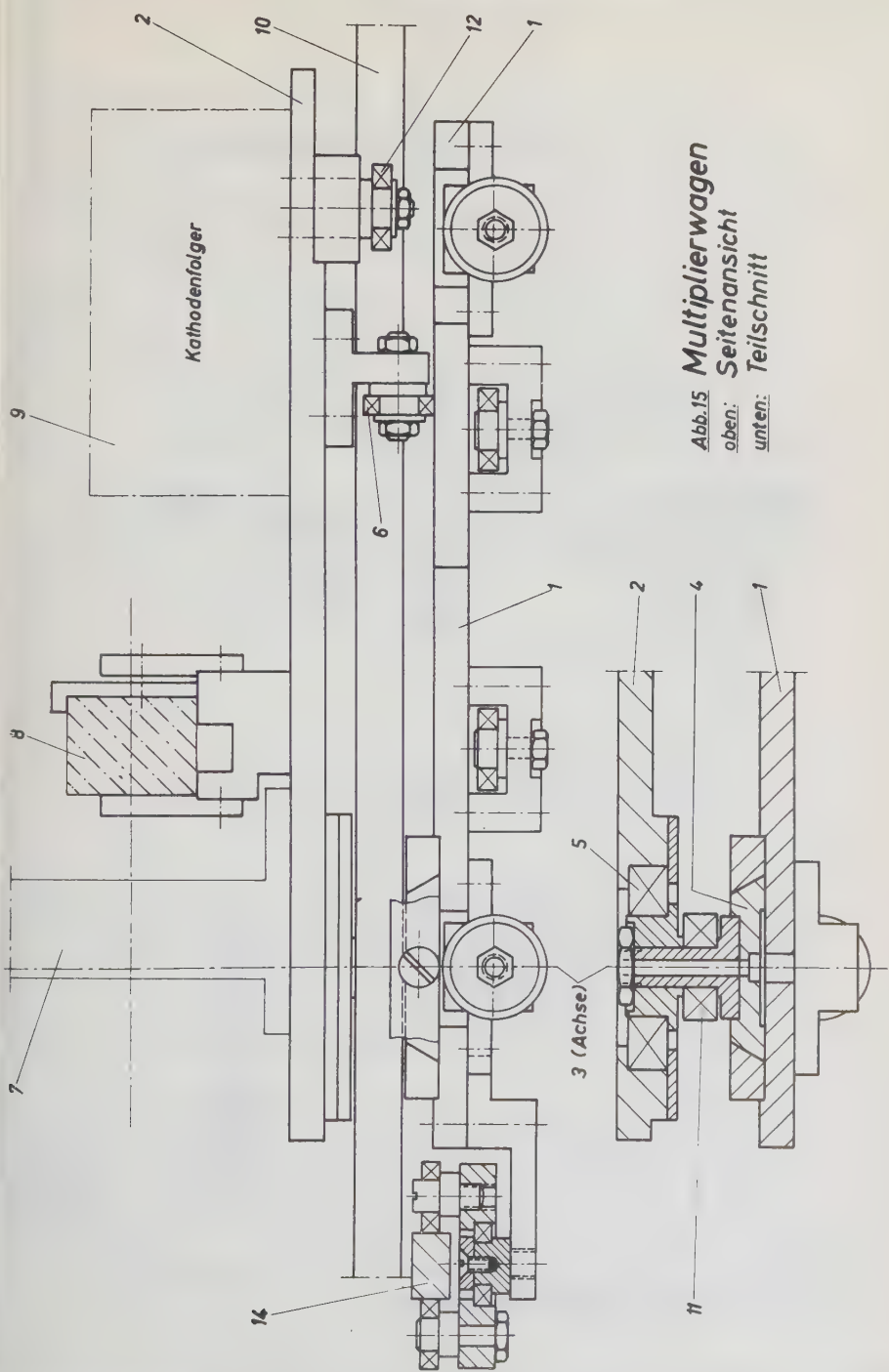


Abb. 15 **Multiplierwagen**
 oben: Seitenansicht
 unten: Teilschnitt

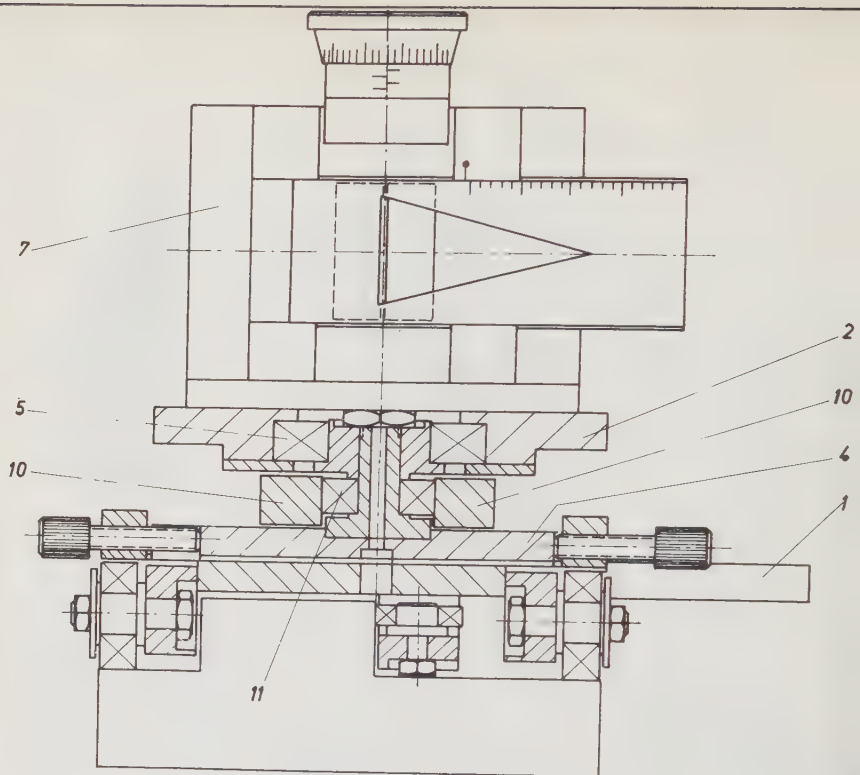


Abb. 16 Multiplierwagen in Vorderansicht

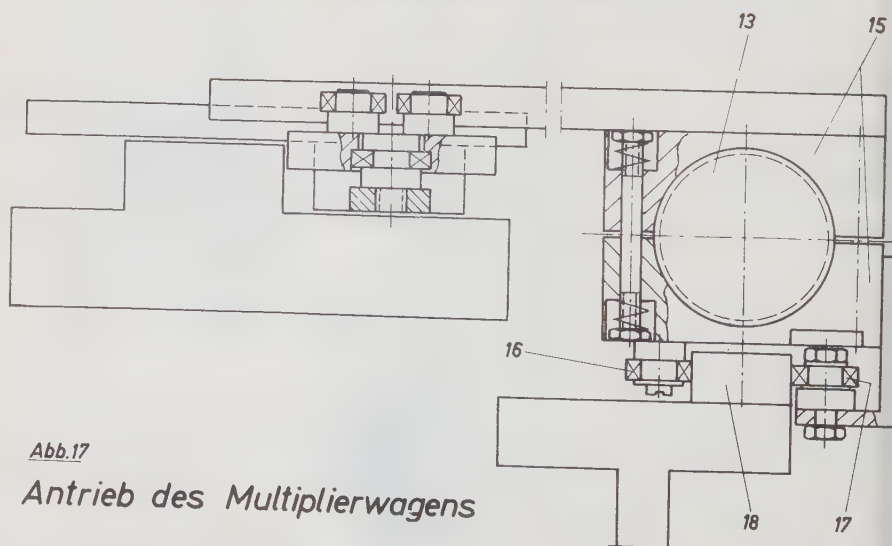


Abb. 17

Antrieb des Multiplierwagens

rechteckigen Stäben 10 fort. Die Stäbe führen zwischen der großen oberen und unteren Platte des Wagens hindurch und verlaufen zu beiden Seiten der vertikalen Achse, die zur Herabsetzung der Reibung an dieser Stelle nochmals ein Kugellager 11 hat. Am Wagenende werden die beiden Stäbe (von außen her) von zwei weiteren Kugellagern 12 geführt. Durch diese Führung wird bei der Bewegung des Wagens der drehbare Teil des Wagens immer so gedreht, daß die Spaltebene senkrecht zu den Stäben steht. Die Stäbe erstrecken sich bis zum Ende der Rowlandschiene, wo sie durch einen Steg miteinander verbunden sind und durch zwei Kugellagerräder gestützt werden. Die Räder bewegen sich auf einer kleinen Schiene, die fest mit der Rowlandschiene verbunden ist.

Abb. 17 zeigt den Antrieb des Multiplierwagens mittels einer Spindel 13. Da der Abstand zwischen Wagen und Spindel wegen der Krümmung der Rowlandschiene nicht konstant ist, darf der Wagen nicht starr mit der Spindel verbunden werden. Deshalb befindet sich am Vorderende des Wagens auf einem kurzen Arm eine kugelgelagerte Scheibe, auf der zwei Reihen von je zwei Kugellagern montiert sind (s. auch Abb. 15 ganz links). Diese Lager bilden die Führung für einen rechteckigen Stab 14, der auf der zweiteiligen Spindelmutter 15 befestigt ist und bei Bewegung der Spindel den Wagen schiebt bzw. zieht. Gleichzeitig findet eine Bewegung senkrecht zur Spindelachse statt, wobei sich der Stab 14 zwischen den vier Kugellagern hindurchschiebt. Die Spindelmutter ist gegen seitliche Verkippen dadurch gesichert, daß die Lager 16 und 17, die fest mit der unteren Hälfte verschraubt sind, an der Schiene 18 entlang laufen. Die beiden Mutterhälften werden mit Federn gegeneinander gepreßt und sind durch seitlich angebrachte - in der Zeichnung nicht sichtbare - Blöcke weitgehend gegen Verkippen gesichert.

Die Spindel (Steigung 1,0 mm) wird über ein Doppelgelenk und eine Drehdurchführung aus dem Hochvakuum herausgeführt. Der Antrieb der Spindel geschieht mittels eines 50-W-Synchronmotors und über ein 8-Gang-Getriebe, wobei die Kraftübertragung durch Ketten erfolgt. Der langsamste Gang liefert $1/2$ U/min, jeder weitere vergrößert die Umdrehungsgeschwindigkeit genau um

den Faktor 2. Dadurch wird es möglich, die Registriergeschwindigkeit und die Schreiber-geschwindigkeit so aufeinander abzustimmen, daß bei verschiedenen Registriergeschwindigkeiten die Schreiberkurven immer gleich lang und damit leichter miteinander vergleichbar sind.

Auf der Drehdurchführung sitzt noch ein Umdrehungszähler, ein Teilkreis mit Gradteilung und Noniusablesung und ein Kontaktgeber, der bei jeder Umdrehung eine Marke auf den Schreiberstreifen macht. Auf diese Weise ist es theoretisch möglich, die Stellung der Spindelmutter und damit des Multipliierwagens auf 1 μ genau anzugeben.

Eine zusätzliche drehbare Platte, auf die Multiplier und Kathodenfolger montiert werden können (fehlt in der Zeichnung), ermöglicht es, den Multiplier ohne Belüftung des Spektrographen unter einem solchen Winkel gegen die aus dem Spalt tretende Strahlung zu stellen, daß die Quantenausbeute einen optimalen Wert annimmt.

g. Der Film- und Plattenhalter.

Abb. 18 zeigt den Filmhalter vom Gitter her gesehen. Er besteht im wesentlichen aus drei parallelen Platten 1, deren eine Längsseite die gleiche Krümmung wie der Rowlandkreis hat. Um dies zu erreichen, wurden die drei Platten aufeinandergeschraubt und gemeinsam mit der Rowlandschiene bearbeitet. Die unterste der drei Platten dient als Fuß und zur schnellen Justierung; auf die beiden oberen, die einen Abstand von 20 mm haben, wird der Film oder die photographische Platte aufgespannt. Die drei Platten sind durch zwei Distanzstifte 2 miteinander verbunden. Die rechts im Bild sichtbaren Winkelbügel 3 dienen zum Anpressen des Films. Der Film wird an die beiden oberen Platten gepreßt und mit einem Messingblech hinterlegt. Dann werden die Bügel aufgesteckt und das Messingblech mit den Rändelschrauben gegen den Film gedrückt. Dieser schmiegt sich dann an die vorgegebene Kurve an. Mit Hilfe einer Blende ist es möglich, drei Spektren auf einem Film zu registrieren ohne den Spektrographen zu öffnen. An der dem Gitter zugewandten Stirnseite des Filmhalters befindet sich eine weitere verstellbare Blende, mit der die Streustrahlung und das Spektrum nullter Ordnung abgeblendet werden können.

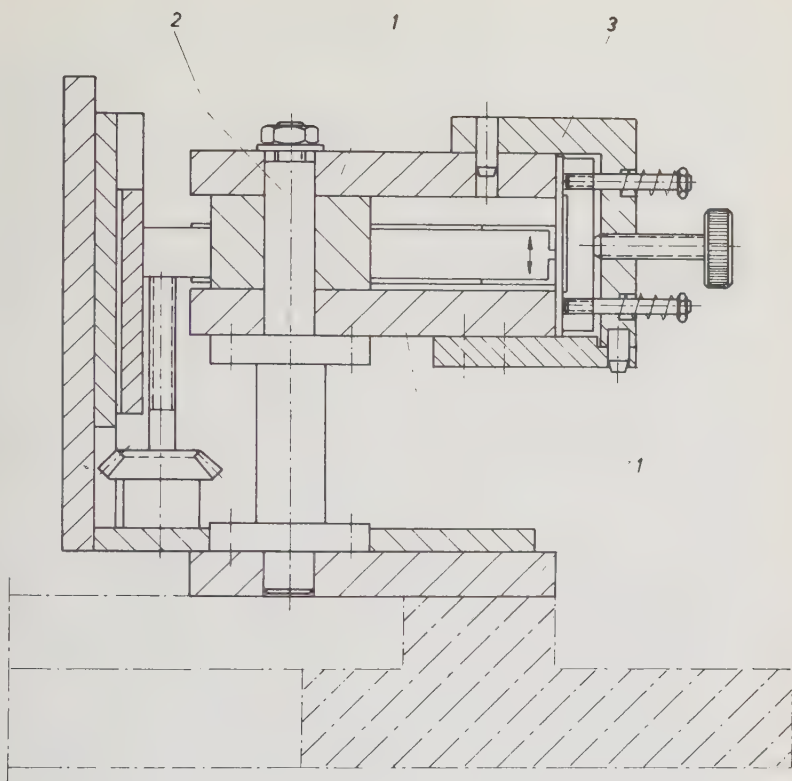


Abb. 18 *Film-und Plattenhalter*
(vom Gitter her gesehen)

III. Die Justierung des Spektrographen.

1. Allgemeines.

G.RATHENAU und P.K.PEERLKAMP (17) haben Justiervorschriften zusammengestellt, die sich allein optischer Hilfsmittel bedienen und es gestatten, einen Spektrographen für ultraweiche Röntgenstrahlen mit sichtbarem Licht zu justieren. Die Methoden sind vor allem für einen Spektrographen vom Magnusson-Typ gedacht. Der hier beschriebene Spektrograph weicht jedoch in wesentlichen Punkten von früheren Konstruktionen ab; deshalb konnten die Justiervorschriften (17) nicht direkt übernommen werden. Sie wurden an zahlreichen Stellen modifiziert und teilweise auch durch eigene, den speziellen Bedürfnissen angepaßte Überlegungen und Vorrichtungen ersetzt. Durch die Konstruktion ergibt sich auch eine ganz bestimmte Reihenfolge, in der die Justierungen auszuführen sind.

Der Justierung wurde in dieser Arbeit besonderes Gewicht beigemessen. Deshalb scheint eine ausführliche Beschreibung der einzelnen Justierungen, bei denen auch ihre Genauigkeit und deren Einfluß auf die Messungen diskutiert werden, gerechtfertigt.

Wie bereits erwähnt, wurde die Justierung außerhalb des Spektrographen vorgenommen. Ein eigens konstruierter stabiler Metallrahmen mit passend gewählten Querverstrebungen erlaubte es, die Rowlandschiene in Drei-Punkt-Aufstellung auf den Rahmen zu setzen und außer den gesamten Justierungen auch - durch Realisierung des Rowlandkreismittelpunkts - die Krümmung, bzw. den Radius der Schiene genau zu messen. Die Ergebnisse dieser Messungen wurden bereits bei der Beschreibung der Rowlandschiene mitgeteilt. Nach der Justierung wurde die Schiene in den Spektrographen gestellt, horizontalisiert und mit der Röntgenröhre verschraubt.

Zur einfacheren Beschreibung der Justiervorgänge wird für Spalt, Gitter und Filmhalter je ein körperfestes Koordinatensystem gewählt, wie es in Abb. 19 dargestellt ist. Von den insgesamt 18 Freiheitsgraden ist ein Translationsfreiheitsgrad

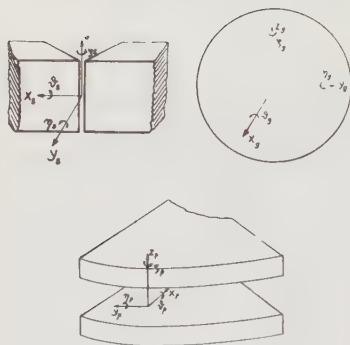


Abb. 19 Die körperfesten Koordinatensysteme von Spalt, Gitter und Plattenhalter

Abb. 19 Die körperfesten Koordinatensysteme von Spalt, Gitter und Plattenhalter

a) Die 3 xy-Ebenen liegen in einer gemeinsamen mit dem Rowlandkreis identischen Ebene (9 Freiheitsgrade = 9 F; $z_G, z_S, z_P, \varphi_G, \varphi_S, \varphi_P$).
 b) Der Ursprung jedes Koordinatensystems liegt auf dem Rowlandkreis (6 F; $x_G, y_G, x_S, y_S, x_P, y_P$).
 c) Die Verlängerung von y_S geht durch den Gittermittelpunkt (1 F; ξ_G).
 d) y_G ist Tangente an den Rowlandkreis (1 F; ξ_S).
 e) Die kreisförmig gekrümmte Fläche des Filmhalters fällt mit dem Rowlandkreis zusammen (1 F; ξ_P).

Im folgenden wird die Festlegung der 18 Freiheitsgrade beschrieben.

2. Die Justierung des Filmhalters.

Zunächst wird der Filmhalter als in sich abgeschlossene Einheit justiert. Nach dem Zusammenbau stellt man ihn auf eine Richtplatte und justiert mit einem Präzisionswinkel die 3 Platten so, daß die gekrümmten Flächen genau senkrecht übereinander stehen. Diese Stellung konnte nicht exakt erreicht werden, weil die Platten, obwohl sie in einem Arbeitsgang gemeinsam mit der Rowlandschiene bearbeitet wurden, teilweise leicht durchgebogen sind. Die Abweichungen vom Kreiszyylinder sind jedoch durchwegs kleiner als $4/100$ mm.

Die Montage und Justierung des Filmhalters gestaltet sich sehr einfach, nachdem man bereits vorher durch den entsprechenden Abstand Spalt - Gitter den gewünschten Einfallswinkel (ungefähr) festgelegt hat. Wegen des übereinstimmenden Krümmungsradius von Rowlandschiene und Filmhalter kann man die Bodenplatte des Filmhalters in dem gewünschten Wellenlängenbereich mit der Rowlandschiene zur Deckung bringen und mit schraubzwingenähnlichen Bügeln festklemmen. Die Übereinstimmung ist besser als 1/100 mm. Damit liegen die Freiheitsgrade x_P , y_P , z_P , ϑ_P , χ_P und ξ_P fest.

3. Die Justierung des Spalts und des Gitterhalters.

z_G , ϑ_S und y_S .

z_G wurde bereits bei der Konstruktion auf z_P abgestimmt und ist nicht variabel. Der Winkel ϑ_S kann ebenfalls nicht variiert werden, da die Spaltebene und die Ebene des Rowlandkreises auf Grund der Konstruktion stets hinreichend genau senkrecht zueinander stehen. Nach der Befestigung des Spalthalters am Anfang der Rowlandschiene liegt auch y_S fest.

Die Justierung von z_S .

Die optische Achse liegt 85 mm über der Rowlandschiene. Mit dem Höhenreißer wird die Mitte der Spalthöhe auf diesen Wert mit einer Toleranz von 0,1 mm eingestellt. Diese Justierung ist nicht kritisch.

Die Justierung von x_S .

Zur Justierung von x_S stellt man den Plattenhalter, der leicht überall längs des Rowlandkreises justiert werden kann, in die Nähe des Spalts. Auf die mittlere Platte des Filmhalters setzt man eine kleine Hilfsvorrichtung; sie besteht aus einem flachen linealähnlichen Metallstab, aus dem hinten und in der Mitte je ein vertikaler Führungsstift herausragt und der vorne weit überstehend eine in der Horizontalen schwenkbare dünne und spitze Nadel trägt. Die Nadel wird gedreht bis ihre Spitze genau auf dem Rowlandkreis liegt. Dann verschiebt man die Spitze so lange in Richtung des Eintrittsspalts und bewegt gleichzeitig den Spalt in der x_S -Richtung bis die Nadelspitze genau

auf die Mitte des Spalts zeigt. Damit ist der Spalt auf dem Rowlandkreis. Die Genauigkeit dürfte bei etwa $\pm 0,05$ mm liegen.

Die Festlegung von y_G .

Der Basisblock des Gitterhalters (vgl. Abb. 11) ist so konstruiert, daß er den Rowlandkreis stets an 2 Punkten berührt. y_G ist festgelegt, wenn man den Gitterhalter an einer Stelle, die etwa dem gewünschten Einfallswinkel φ entspricht, mit dem Rowlandkreis in Berührung bringt und den Gitterhalter dann mit den 4 Bügeln an der Schiene festklemmt. Zur Änderung des Einfallswinkels kann man den Gitterhalter an der Rowlandschiene entlangschieben, ohne dabei die übrige Justierung zu verändern.

Die Justierung von x_G .

Zunächst wird der untere Schlitten des Gitterhalters, der sich um die z-Achse drehen läßt, in x-Richtung verschoben bis die z-Achse genau über dem Rowlandkreis steht. Dazu verwendet man den in Abb. 13a gezeichneten Justierstift. Dieser Stift ist so angeschliffen, daß gilt: $d = 2r \pm s$, mit $s < 0,01$ mm. Wenn die untere ebene Fläche des Stiftes den Rowlandkreis berührt, liegt die z-Achse fest. Nun verschiebt man mit dem kleineren oberen Schlitten das Gitter so lange bis die Gitteroberfläche die obere ebene Fläche des Justierstiftes berührt. Damit ist x_G auf etwa $\pm 0,01$ mm genau justiert.

Für den Fall, daß die beiden Flächen des Justierstiftes einander parallel sind, wäre auf Grund der Konstruktion des Gitterhalters auch ξ_G festgelegt. In unserem Fall traf dies nicht zu; somit muß ξ_G getrennt justiert werden.

Die Justierung setzt voraus, daß die Gitterebene genau parallel zu der Drehachse ist, d.h. daß η_G bereits justiert ist. In der Praxis justiert man η_G zunächst einmal näherungsweise mit Hilfe eines Präzisionswinkels und legt dann x_G fest. Nach der genauen η_G -Justierung wird die x_G -Justierung wiederholt.

Die Justierung von ξ_S .

Normalerweise muß ξ_S nicht getrennt justiert werden, und man begeht keinen großen Fehler, wenn die Spaltebene nicht genau senkrecht auf der Verbindungslinie Spalt-Gittermittelpunkt

liegt. Eine Abweichung von 5° ändert die effektive Spaltbreite um weniger als $4^\circ/100$. Wegen des sich an den Spalt anschließenden Diffusionskanals (vgl. Abb. 12) muß jedoch ζ_S justiert werden. Der Diffusionskanal, der einen Querschnitt von $0,2 \times 10 \text{ mm}^2$ und eine Länge von 20 mm hat, muß so eingestellt werden, daß die verlängerte Mittellinie des Kanals zum Gittermittelpunkt führt. Dazu dreht man das Gitter um die z-Achse und stellt die Gitterebene senkrecht zu der Verbindungslinie Spalt-Gittermittelpunkt. Anschließend dreht man den beleuchteten Spalt bis der Diffusionskanal die richtige Stellung hat.

Diese Justierung läßt sich allerdings nicht besonders genau durchführen, weil wegen der Enge des Spalts und des Kanals die Beleuchtung lichtschwach und durch Beugung am Spalt und Reflexion an den Wänden des Kanals der Strahl verbreitert ist. Besser geeignet ist folgende Methode: Man beleuchtet den Eintrittsspalt mit einer diskontinuierlichen Lichtquelle und bringt am Rowlandkreis dort, wo eine Spektrallinie abgebildet wird, einen Hilfsspalt an. Dann beleuchtet man mit derselben Lampe den Hilfsspalt, läßt einen ausgeblendeten Strahl auf die Mitte des Gitters fallen und dreht den Spalt, bis die durch den Kanal tretende Intensität maximal wird. - Gleichzeitig läßt sich die am Gitterhalter befindliche Blende symmetrisch zum Strahl und auf die berechnete optimale Breite einstellen.

Die Justierung von η_G :

Aus Konstruktionsgründen liegt beim Plattenhalter η_P fest. η_G und η_S müssen nun so justiert werden, daß Spalt und Gitterebene untereinander und zu der Erzeugenden des Kreiszylinders über dem Rowlandkreis parallel sind. Zunächst werden η_G und η_S einander ungefähr parallel gestellt. Sind Gitter und Spalt um den Winkel η gegen den Plattenhalter geneigt, so erscheinen die Spektrallinien auf der photographischen Platte schief und an den Enden unscharf. Sie bilden mit der Erzeugenden der Zylinderfläche den Winkel β . Für β gilt nach (17) in guter Näherung

$$\operatorname{tg} \beta = \operatorname{tg} \eta / (\cos 2\varphi_1 \cdot \operatorname{ctg} \varphi_1 + \sin 2\varphi_1)$$

φ_1 ist der Ausfallswinkel in der Mittelebene des Plattenhalters. Durch mehrere Justieraufnahmen des direkten Bildes ergab sich einschließlich der Fehler beim photometrischen Vermessen der Aufnahmen mit $\varphi_1 = 85^\circ$ und $\beta = 15'$ der Wert $\varphi_G = 1'$. Daraus resultiert nach (17) eine Abweichung Δr des Radiusvektors vom Rowlandkreis mit $\Delta r < 1\mu$.

Die Justierung von φ_S :

Zur Festlegung von φ_S wird der Spalt so um y_S gedreht, daß er der Tangentenebene im Gittermittelpunkt parallel ist. Die praktische Durchführung dieser Justierung folgt dem Vorschlag von (17), wurde jedoch verbessert und empfindlicher gestaltet. Wegen der astigmatischen Abbildung durch das Gitter wird jeder Punkt des Spalts zu einer Linie auseinander gezogen. Steht der Spalt zu der Gitterebene parallel, überdecken sich die Bilder der einzelnen Spaltpunkte und ergeben eine schmale Linie, während bei einer schrägen Stellung des Spalts die einzelnen Bilder nebeneinander liegen und damit eine verbreiterte Linie bilden. Für die Beobachtung wählt man das direkte Bild (nullte Ordnung) und betrachtet es mit einem Mikroskop.

Um die Beobachtungsmöglichkeit zu verbessern, wird durch ein Geradsichtprisma eine kontinuierliche Lichtquelle so auf den Spalt projiziert, daß der Spalt in verschiedenen Höhen von verschieden farbigem Licht beleuchtet wird. Dadurch werden die Ränder der verbreiterten Linie farbig, und man erkennt die gute Justierung am Verschwinden der farbigen Ränder.

Diese Methode läßt sich dadurch noch empfindlicher gestalten, daß man aus dem kontinuierlichen Spektrum zwei Farben ausblendet (rot und grün) und das Spektrum gerade so groß macht, daß die beiden Farben am oberen und unteren Ende des Spalts liegen. Bei schlechter Justierung beobachtet man nicht eine verbreiterte Linie, sondern zwei Linien, eine rote und eine grüne, in einem gewissen Abstand. Beim Drehen des Spalts um y_S wandern die beiden Linien aufeinander zu, überlappen sich und wandern wieder auseinander. Um die Drehbewegung des Spalts reproduzierbar zu gestalten und die Justierung messend verfolgen zu können, wurde an dem Spaltrohr senkrecht zur Drehachse ein etwa 12 cm langer Stab befestigt, der mit einer Mikrometerschraube

bewegt werden kann. Auf diese Weise lassen sich noch Winkel von $0,3'$ einstellen.

Obwohl die Methode im Prinzip einfach und auch schnell ist, traten bei der Durchführung Schwierigkeiten auf. Durch chromatische Fehler der verwendeten Optik lagen die beiden farbigen Bilder nicht in derselben Ebene, sodaß bei einer seitlichen Bewegung des beobachtenden Auges Parallaxen auftraten. Durch Verkleinerung der Austrittspupille und durch definiertes Schwenken des Mikroskops gelang es, Meßreihen aufzunehmen, aus denen sich durch Interpolation der richtige Wert entnehmen ließ.

Bei der endgültigen Einstellung ergab sich ein Fehler von $\gamma = \pm 1'$ (γ = Winkel zwischen der Längsausdehnung des Spalts und der Gitterebene). Dem entspricht nach (17) ein Wellenlängenintervall $d\lambda$ von etwa $10^{-2} \text{ \AA}$ (bei $\lambda = 100 \text{ \AA}$); d.h. diese Verschlechterung des Auflösungsvermögens ist klein im Vergleich zu dem theoretischen Auflösungsvermögen von etwa $0,3 \text{ \AA}$.

Da diese Justierung die empfindlichste und belangreichste ist, wurde sie nach Abschluß aller übrigen Justierungen wiederholt.

Die Justierung von ξ_G .

Das Gitter muß um z_G gedreht werden, bis es den durch seinen Mittelpunkt und den Spalt verlaufenden Rowlandkreis tangiert. Damit wird automatisch auch der Abstand Spalt-Gittermitte gleich dem Abstand Gittermitte-Bild nullter Ordnung. Dieser Abstand ist mit dem Lineal nur ungenau meßbar.

Zur Bestimmung des Radius' der Rowlandschiene war der Mittelpunkt sehr genau festgelegt worden: vom Gitter aus gesehen auf etwa $\pm 20 \mu$ in radialer Richtung und $\pm 3 \mu$ senkrecht dazu. Stellt man nun genau im Mittelpunkt des Rowlandkreises (das läßt sich auf einige 10^{-2} mm genau machen) eine dünne Nadel auf und beleuchtet sie aus einigen Metern Entfernung mit einer punktförmigen Lichtquelle, so entsteht auf dem Gitter ein Schatten der Nadel. Der Schatten ist zwar nicht ganz scharf, aber doch so gut zu sehen, daß der Schatten durch seitliches Verschieben der Lichtquelle auf $\pm 0,2-0,3 \text{ mm}$ genau in die Mitte des Gitters gelegt werden kann. Das Konkavgitter wirkt in diesem Fall als Konkavspiegel und fokussiert das Licht etwas außerhalb

der Brennebene. In der Brennebene ist der Schatten der Nadel noch gut zu sehen. Gleichzeitig erzeugt das vom Spiegel kommende Licht erneut einen Schatten der Nadel. Durch Drehen des Gitters um z_G kann man auf einem kleinen Schirm aus Millimeterpapier beide Schatten zur Deckung bringen. Die Ungenauigkeit dieser Festlegung beträgt weniger als $\pm 0,2$ mm. Dem entspricht eine maximale Unsicherheit des Winkels ζ_G von $\pm 1,5'$. Nach (17) gilt für kleine $\Delta \zeta$ im Bogenmaß $\Delta r / \rho \cdot \sin \varphi = \Delta \zeta$, wobei Δr die Unsicherheit in der Länge r des Radiusvektors, vom Gitter aus gerechnet, angibt. Mit $\rho = 2000$ mm, $\varphi = 85^\circ$ und $\Delta \zeta = \pm 1,5'$ folgt $\Delta r = \pm 0,8$ mm.

Durch diesen Fehler wird der kleinste noch auflösbare Wellenlängenunterschied, der theoretisch etwa $0,3 \text{ \AA}$ beträgt, um etwa $0,01$ bis $0,02 \text{ \AA}$ verschlechtert.

Die Justierung von $\mathfrak{S}_G$.

Das Gitter muß so gedreht werden, daß die Gitterfurchen mit dem Spalt parallel stehen. Dabei wird das Gitter, das in Längsrichtung gleichmäßig ausgeleuchtet sein muß, durch den Spalt mit einer Hg-Lampe beleuchtet. Gleichzeitig wird es noch von einer zweiten Lampe, die von einer Lochblende (Durchmesser ca. 1 mm) abgedeckt wird, beleuchtet. Die Lochblende steht auf dem Rowlandkreis in der Nähe des Krümmungsmittelpunktes des Gitters. Auf langen photographischen Platten wird gleichzeitig das astigmatische Spektrum der Hg-Linien und das stigmatische der Lochblende aufgenommen. Bei guter Justierung befindet sich das Bild der Lochblende in halber Höhe der Spektrallinien.

Für die Auswertung waren geeignet: die grüne Hg-Linie $5460 \text{ \AA}$ in dritter und die beiden violetten Linien 4047 und $4078 \text{ \AA}$ in vierter Ordnung. Für den Winkel $\mathfrak{S}$, den die Gitterstriche mit dem Spalt bilden, gilt $\text{tg } \mathfrak{S} = c / \rho$, wobei c der vertikale Abstand der Mitten von Lochblendenbild und Hg-Linie ist. Nach mehreren Aufnahmen wurde erreicht, daß die Abweichung von der gewünschten Parallelität kleiner als $\pm 2'$ ist. Dem entspricht nach (17) Seite 135, Abb. 9a und 9b, eine Linienverbreiterung von weniger als 2 u bis zu einem Ausfallwinkel von 10° oder $\Delta \lambda \leq 4 \times 10^{-3} \text{ \AA}$ für Wellenlängen bis zu $200 \text{ \AA}$, ist also klein gegen das theoretische Auflösungsvermögen von etwa $0,3 \text{ \AA}$.

Damit ist der Spektrograph für photographische Untersuchungen justiert. Bei der Fehlerabschätzung der einzelnen Justierungen wurde stillschweigend vorausgesetzt, daß außer der gerade diskutierten Justierung alle übrigen fehlerfrei ausgeführt wurden. In Wirklichkeit hat man natürlich eine mehr oder weniger starke wechselseitige Beeinflussung der verschiedenen Größen, und die Qualität des Gitters, der Spaltbegrenzung und der Ausleuchtung spielt ebenfalls eine Rolle. Auf Grund der oben diskutierten Fehler sollte jedoch das theoretische Auflösungsvermögen von $0,3 \text{ \AA}$ um nicht mehr als maximal 10-20% verschlechtert werden.

4. Die Justierung des Multipliewagens.

Für die photoelektrische Registrierung muß der Filmhalter gegen den Multipliewagen ausgetauscht werden. Seine Justierung geschieht folgendermaßen: Zunächst wird die mit den Laufrollen fest verbundene Grundplatte mit der Wasserwaage horizontal gestellt, desgleichen der drehbare Aufbau, der den Spalt, den Multiplier und den Vorverstärker trägt. Der Spalt hat in seiner Grundplatte eine Bohrung, die genau unter der Mitte des symmetrischen Spalts liegt. Durch den Drehpunkt des schwenkbaren Aufbaus läßt sich - ähnlich wie bei dem Gitterhalter - ein Paßstift stecken, dessen unteres Ende auf einer Länge von etwa 12 mm einen halbkreisförmigen Querschnitt hat. Mit Hilfe des quer zur Fahrtrichtung des Wagens verschiebbaren Schlittens wird der Stift verschoben, bis die angeschliffene Fläche den Rowlandkreis berührt. Damit liegt die Drehachse auf einige hundertstel Millimeter genau über dem Rowlandkreis. Das obere Ende des Stiftes paßt genau in die Bohrung der Spaltgrundplatte. Der Spalt wird nun auf den Stift gesteckt, festgeschraubt und der Stift wieder entfernt. Diese Justierung ist recht genau und läßt sich sehr schnell ausführen.

Hinter dem justierten Austrittsspalt wird der Multiplier so aufgestellt, daß die durch den Spalt austretende Strahlung die Photokathode des Multipliers etwa in der Mitte trifft.

Bei der endgültigen Justierung wurde noch der Tatsache Rechnung getragen, daß der Gitterradius und der Durchmesser des Rowlandkreises nicht genau übereinstimmen, sondern um 1,0 mm differieren. Es wurde deshalb am Multiplierspalt, am Gitter und am Eintrittsspalt je ein 0,5 mm starkes Blechstück eingefügt, wodurch diese Bauteile um den gleichen Betrag verschoben werden.

Da die Justierung des Multiplierwagens unabhängig von allen übrigen Justierungen erfolgte, ist die Qualität des Zusammenwirkens von Spalt, Gitter und Austrittsspalt zugleich ein Maß für die Güte der gesamten Justierungen. Bei der Nachprüfung ergab sich, daß das direkte Bild des Spalts gerade dann scharf in die Austrittsspaltebene abgebildet wird, wenn das Spaltbild (bis auf etwa $20\ \mu$) in der Mitte des geöffneten Spalts lag. Die Beobachtung erfolgte mit einem Mikroskop. - Da z.B. eine Drehung des Gitters um z_G um nur $1'$ das direkte Bild bereits um etwa $50\ \mu$ nach der Seite verschieben würde, darf die gute Übereinstimmung des Spaltbildes mit der Mitte des Multiplierspalts als Beweis dafür angesehen werden, daß die Justierung einwandfrei ist.

IV. Grundlagen für die Auswertung der Spektren.

Nachdem in den vorangegangenen beiden Hauptabschnitten die Konstruktion und die Justierung des Spektrographen beschrieben wurden, sollen im folgenden Abschnitt die theoretischen Grundlagen für die Auswertung und die Korrektur der Spektren behandelt werden.

1. Das Auflösungsvermögen.

In Abb. 20 ist die Rowlandanordnung für streifenden Einfall schematisch dargestellt:

Durch das Konkavgitter wird von dem Eintrittsspalt der Breite s auf dem Rowlandkreis ein Bild $s' = s/\sin\psi$ erzeugt, und dem senkrecht zur Strahlung stehenden Austrittsspalt a entspricht auf dem Rowlandkreis die Strecke $a' = a/\sin\psi$. Es seien nun $a' < s'$ und monochromatische Strahlung

vorausgesetzt. Dann bewegt sich die Spaltprojektion a' bei der Registrierung über das Spaltbild s' hinweg. Unter der Annahme, daß sowohl s' als auch a' Rechteckprofil hat, resultiert aus dieser Faltung ein symmetrisches Trapezprofil mit der Grundlinienlänge $(s + a)/\sin\psi$ und einer Dachlänge $(s - a)/\sin\psi$. Zwei sich überlappende Trapeze sollen dann noch als getrennt erkannt werden, wenn die Höhe an der Einsattelungsstelle höchstens 80% der Gesamthöhe des Trapezes beträgt. Für den Schwerpunktsabstand dx der beiden Trapeze gilt dann

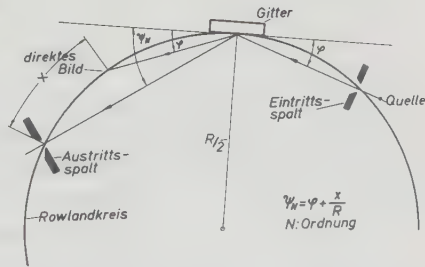


Abb. 20. Prinzip der Rowlandanordnung für streifenden Einfall.

$$dx = \frac{s}{\sin\psi} + \frac{1}{5} \cdot \frac{a}{\sin\psi} \quad (1)$$

Die Wellenlängendifferenz $d\lambda$ zweier Linien λ_1 und λ_2 erscheint vom Gitter aus unter dem Winkel $d\psi$; auf dem Rowlandkreis entspricht ihr ein Abstand

$$dx = R \cdot d\psi. \quad (2)$$

Für $d\psi$ ergibt sich aus der Gittergleichung

$$n\lambda = \sigma (\cos \varphi - \cos \psi), \quad (3)$$

durch Differentiation und Einsetzen in (2) folgt

$$dx = R \cdot \frac{d\lambda}{\sigma \cdot \sin \psi}. \quad (4)$$

Gleichsetzen von (1) und (4) ergibt

$$d\lambda = \frac{\sigma}{R \cdot n} \left(s + \frac{a}{5} \right). \quad (5)$$

Für $a' > s'$ vertauschen in Gleichung (5) die Größen a und s ihren Platz. Nach (5) kann das praktische Auflösungsvermögen¹⁾ des Spektrographen berechnet werden²⁾. Mit den Daten $\sigma = 1/600$ mm, $R = 2000$ mm, $n = 1$, $s = 30 \mu$ und $a = 50 \mu$ folgt $d\lambda = 0,33 \text{ \AA}$.

Das theoretische Auflösungsvermögen A eines Gitters beträgt $A = \lambda/d\lambda = Nn = B \cdot n \cdot \sigma$ (N = gesamte Strichzahl; B = die zu N gehörige Gitterbreite). Daraus folgt $d\lambda = \lambda/B \cdot n \cdot \sigma$. MACK et al. (19) haben theoretisch und experimentell gezeigt, daß d bei festem σ , n und λ für ein bestimmtes B optimal wird: $d\lambda_{\text{opt}}$. Nach einer ähnlichen Überlegung wie sie oben durchgeführt wurde, entspricht $d\lambda_{\text{opt}}$ auch ein optimales $s = s_{\text{opt}}$. Während B_{opt} für $R = 2000$ mm, $\varphi = 5^\circ$, $n = 1$ und $\lambda = 100 \dots 150 \text{ \AA}$ bei ungefähr 20 mm liegt, liegen die s_{opt} -Werte bei etwa 1μ . Aus Intensitätsgründen muß für die praktische Arbeit ein größeres s gewählt werden, wodurch sich das theoretische Auflösungsvermögen nicht erreichen läßt. Dies ist auch der Grund, weshalb

- 1) Es ist in der Spektroskopie der ultraweichen Röntgenstrahlen üblich, den kleinsten noch trennbaren Wellenlängenunterschied $d\lambda$ als Auflösungsvermögen zu bezeichnen.
- 2) Gleichung (5) wurde abgeleitet, weil die von Fisher (18) angegebene Formel $d\lambda = (\sigma/Rn) \left(s + \frac{a}{5} \cdot \cos \psi \right)$ nur für einen Austrittsspalt gilt, der senkrecht zum Kreis steht, und weil Holliday (7) diese Formel fälschlicherweise auch für den oben diskutierten Fall anwendet.

Gitterspektrographen gerade für kleine Wellenlängen ein schlechtes Auflösungsvermögen haben. MACK et al. geben als kleinsten bei der Spaltbreite s und bei photographischer Registrierung noch auflösbaren Wellenlängenunterschied an: $d\lambda = s/0,91 \cdot R_n$. Dieser Ausdruck stimmt mit dem oben abgeleiteten Ausdruck (5) für $a = s$ gut überein. Als wichtiges Ergebnis entnimmt man (5) ferner, daß $d\lambda$ unabhängig von λ , d.h. für den gesamten Spektralbereich konstant ist.

Nach den obigen Ausführungen entspricht also einer monochromatischen Strahlung eine durch die Apparatur bedingte Linie endlicher Breite mit Trapezprofil: die sog. Fensterkurve des Spektrographen. Die Mittellinie $s/\sin\psi$ des Trapezes entspricht der Halbwertsbreite der Fensterkurve. In Wellenlängen ausgedrückt erhält man für die Mittellinie $d\lambda = \sigma' s/R_n$. Dieser Wert ist ebenfalls unabhängig von λ . Damit ist die Fensterkurve eine Apparatkonstante. Die Annahme eines Trapezprofils für die Fensterkurve ist sicher nur eine grobe Näherung. Darüber hinaus erfährt eine Linie mit der natürlichen Linienbreite $2W$ durch die Fensterkurve eine zusätzliche Verbreiterung.

2. Die Bestimmung der Fensterkurve und der wahren Kurve.

Im folgenden soll gezeigt werden, wie man anstelle des Trapezprofils ein besseres Profil für die Fensterkurve gewinnt und wie bei Kenntnis dieses Profils aus der gemessenen Kurve die natürliche Linienbreite errechnet werden kann.

Die Meßkurve ergibt sich durch Faltung der wahren Kurve mit der Fensterkurve. Dieser Faltungsvorgang wird mathematisch durch das sog. Faltungsintegral dargestellt:

$$g(E') = \int_{-\infty}^{+\infty} L(E) G(E'-E) dE. \quad (6)$$

Darin bedeuten

$g(E)$: gemessene Kurve mit Halbwertsbreite $2b$

$L(E)$: wahre Kurve mit Halbwertsbreite $2W$ (=natürliche Linienbreite)

$G(E'-E)$: Fensterkurve mit Halbwertsbreite 2β .

(Alle Halbwertsbreiten in eV.)

Für die wahre Kurve wird allgemein eine Lorentzverteilung angenommen, d.h.

$$L(E) = \frac{A_0}{1 + \left(\frac{E}{W}\right)^2} \quad (7)$$

Die Form der Fensterkurve kann nicht direkt bestimmt werden. ROGERS u. CHALKLIN (6) und LUKIRSKII und ZIMKINA (20) nehmen eine Lorentzverteilung an, wodurch die Auswertung sehr einfach wird. Die Faltung einer Lorentzkurve mit einer Lorentzkurve gibt wieder eine Lorentzkurve, wobei sich die Halbwertsbreite (in $\text{\AA}$) der gemessenen Kurve additiv aus der Halbwertsbreite der Fensterkurve und der wahren Kurve zusammensetzt. SKINNER (21) und HOLLIDAY (16) setzen für die Fensterkurve eine Gaußverteilung an. Dadurch läßt sich das Faltungsintegral nicht mehr direkt ausrechnen; man ist gezwungen, Näherungsansätze zu machen oder die Integration graphisch auszuführen (s.u.).

Zur Bestimmung der Fensterkurve wurde nun der Übergang $M_{\text{V}}N_{\text{III}}$ bei Mo ($\lambda = 64,35 \text{ \AA}$) herangezogen, der in mehreren Ordnungen vermessen wurde. Zur Prüfung der Frage, welche Form die Fensterkurve hat, wurde versuchsweise die von HOLLIDAY angegebene wahre Halbwertsbreite von 1,85 eV übernommen, und durch Variation der Halbwertsbreite der Fensterkurve (für den Fall einer Gauß- und einer Lorentzverteilung) eine Kurve gesucht, deren Halbwertsbreite mit der experimentell bestimmten Kurve übereinstimmt. Dabei ergab sich, daß bei Annahme einer Gaußverteilung für die Fensterkurve die Form der gemessenen Kurve wesentlich besser als bei einer Lorentzverteilung wiedergegeben wird. Im folgenden wird deshalb mit einer Gaußverteilung gerechnet.

Will man die Fensterkurve unabhängig von Literaturwerten bestimmen, so hat man zwei Unbekannte: die Halbwertsbreite der Fensterkurve und die natürliche Linienbreite. Zur Berechnung der beiden Unbekannten standen die experimentellen Ergebnisse der Messungen an der Mo-Linie in erster und zweiter Ordnung zur Verfügung.

Mit dem Ansatz für die Fensterkurve

$$G(E'-E) = B_0 \cdot e^{-\frac{\ln 2}{\beta^2} (E'-E)^2} \quad (8)$$

und dem Ansatz (7) für die wahre Kurve lautet das Faltungsin-
tegral

$$g(E') = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{AB}{1+(\frac{E}{W})^2} e^{-\frac{\ln 2}{\beta^2} (E'-E)^2} dE \quad (9)$$

Mit $g(0) = 2g(b)$ folgt aus (9)

$$\frac{g(0)}{A_0 B_0} = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{1+(\frac{E}{W})^2} e^{-\frac{\ln 2}{\beta^2} E^2} dE = 2 \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{1+(\frac{E}{W})^2} e^{-\frac{\ln 2}{\beta^2} (b-E)^2} dE = \frac{g(b)}{A_0 B_0} \quad (10)$$

Analog gilt für die zweite Ordnung

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{1+(\frac{E}{W})^2} e^{-\frac{\ln 2}{4\beta^2} E^2} dE = 2 \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{1+(\frac{E}{W})^2} e^{-\frac{\ln 2}{4\beta^2} (B-E)^2} dE \quad (11)$$

In (11) bedeutet $2B$ die Halbwertsbreite der in zweiter Ordnung gemessenen Mo-Linie. Wegen $d\lambda = \text{const}$ wird die Halbwertsbreite der Fensterkurve in der zweiten Ordnung (gemessen in eV) nur halb so groß wie in der ersten Ordnung. Es gilt also

$$B_2 = 1/2 \cdot B_1 = 1/2 \cdot B.$$

Für die numerische Auswertung von (10) und (11) wird nun ein W -Wert fest angenommen und B so lange schrittweise variiert, bis (10) erfüllt ist. Dazu wird der Integrand graphisch dargestellt und die Flächenbestimmung mit dem Planimeter ausgeführt. Es genügt, zwischen den Grenzen $+2,5$ und $-2,5$ zu integrieren. Der Fehler, der durch diese Vernachlässigung entsteht, ist kleiner als 1%. Trägt man die Differenz der beiden Integrale in (10) gegen die angenommenen B -Werte auf, so kann man den genauen B -Wert durch lineare Interpolation ermitteln.

Die auf diese Weise gewonnenen Werte von W und B werden anschließend in (11) eingesetzt und müssen diese Gleichung befriedigen. Ist dies nicht der Fall, so wird W in (10) geändert und das Verfahren wiederholt.

Das Ergebnis dieser umfangreichen Rechnungen ist: Die Fensterkurve wird durch eine Gaußfunktion mit der Halbwertsbreite $1,35 \text{ eV}$ (bei $\lambda = 64,35 \text{ \AA}$), bzw. $d\lambda = 0,45 \text{ \AA}$ dargestellt.¹⁾ Es fällt auf, daß dieser Wert erheblich größer ist als die oben für ein Trapezprofil angegebene Halbwertsbreite (= Mittellinie), die einen Wert von $0,25 \text{ \AA}$ liefert. Wenn auch wegen der langwierigen - zum großen Teil manuell ausgeführten - Rechnungen und wegen der im Laufe der Messungen erfolgten Verbesserung der Eichkurve (s.u.) mit einem Fehler bis zu 10% für die Fensterkurve und die natürliche Linienbreite gerechnet werden muß, so scheint doch der große Unterschied grundsätzlicher Natur zu sein. Auch bei HOLLIDAY (16) zeigt der aus den Experimenten berechnete Wert für die Fensterkurve starke (+78%) Abweichungen von dem theoretischen Wert. Bei LUKIRSKII (20) hingegen stimmen die Werte gut überein. Der Unterschied zwischen dem theoretischen und den experimentell bestimmten Werten für die Fensterkurve einerseits und die Diskrepanz zwischen den Messungen der einzelnen Autoren andererseits kann folgendermaßen erklärt werden.

Entscheidet man sich auf Grund der gemessenen Kurve für eine Lorentzverteilung der Fensterkurve, so erhält man für die Fensterkurve und die nat. Halbwertsbreite stets kleinere Werte als bei Annahme einer Gaußverteilung. Andererseits liefert die bei der Ableitung des Auflösungsvermögens gemachte Voraussetzung zweier Rechteckfunktionen für a' und s' bei ihrer Faltung eine vergleichsweise geringe Halbwertsbreite. Auf diese Weise erhält man eine verhältnismäßig kleine theoretische Halbwertsbreite, eine etwas größere Halbwertsbreite für die Lorentzverteilung und eine wiederum größere für die Gaußverteilung. Die Tatsache, daß man einerseits aus dem Experiment auf eine Gauß- oder Lorentzverteilung der Fensterkurve schließt, bei der Berechnung des Auflösungsvermögens aber auf Grund der Voraussetzungen ein Trapezprofil für die gemessene Kurve erhält, zeigt schon,

¹⁾ An Hand dieses Ergebnisses wurde erneut geprüft und bestätigt, daß die Form der experimentellen Kurve mit der berechneten Kurve besser übereinstimmt, wenn man für die Fensterkurve eine Gaußverteilung voraussetzt.

daß ein direkter Vergleich zumindest problematisch ist, und daß das Auflösungsvermögen, wie es sich nach den in der Literatur angegebenen Formeln berechnet, wahrscheinlich zu groß ist, weil die Voraussetzung eines Rechteckprofils für s' nicht erfüllt ist.

Für die natürliche Linienbreite der $\text{Mo } M\zeta$ -Linie ergibt sich ein Wert von 1,65 eV. In Tabelle 4 (Kapitel V.5.) sind die Ergebnisse mehrerer Autoren zusammengestellt. Die Diskussion erfolgt im Zusammenhang mit den Untersuchungen an Niob (V.5.).

Nachdem die Fensterkurve als Apparatekonstante bekannt ist, hat man die Möglichkeit, aus den gemessenen Kurven die natürliche Linienbreite zu bestimmen. Allerdings ist dieses Verfahren nur auf symmetrische Linien anwendbar. Bei der $M\zeta$ -Linie des Nb und seiner Oxide wird das Verfahren praktisch angewendet.

Zur Korrektur asymmetrischer und beliebig gestalteter Kurven werden in der Literatur mehrere spezielle Verfahren angegeben, die jedoch den Einsatz von (elektronischen) Rechenmaschinen erfordern.

Die Möglichkeit, den bei Emissionsbanden von Metallen charakteristischen Steilabfall auf der hochenergetischen Seite mit verhältnismäßig einfachen Mitteln zu korrigieren, soll hier noch kurz besprochen werden (vgl. Abb. 24). Man kann gute Übereinstimmung mit dem Experiment erzielen, wenn man einen Teil der wahren Kurve durch ein Dreieckprofil annähert. Für die Faltung eines Dreiecks mit der Fensterkurve gilt

$$g(E') = \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{\Delta\omega^2}{\Delta^2}} (E'-E) \left[\left(\frac{H}{E_H - E_0} E - \frac{E_0 H}{E_H - E_0} \right) \theta(E - E_0) \theta(E_H - E) + \left(\frac{H}{E_H - E_1} E - \frac{E_1 H}{E_H - E_1} \right) \theta(E - E_H) \theta(E_1 - E) \right] dE \quad (12)$$

Dabei bedeuten: E_0 und E_1 die Fußpunkte des Dreiecks, H seine Höhe und E_H den Fußpunkt der Höhe. $\theta(E)$ ist die Heavisidefunktion. Am Beispiel der Al-Kante wird das Verfahren praktiziert (s. Kap. V.2.e.).

3. Die Auswertung der Spektren.

Die Spektren liegen zunächst als Registrierkurven (integrierte Zählraten) vor oder bei punktwiser Registrierung in Form von Zählraten. Hieraus soll die Intensität als Funktion der Energie berechnet werden. Dazu ist es nötig, einen genauen Zusammenhang herzustellen zwischen der Stellung des Multiplisperspalts auf dem Rowlandkreis und der Frequenz einerseits (Eichkurve des Spektrographen) und der Schreiberamplitude, bzw. der Zählrate und der Intensität andererseits.

a. Die Bestimmung der Eichkurve.

Für die Aufstellung der Eichkurve wurden folgende Referenzlinien verwendet: das K-Spektrum von Graphit in 7 Ordnungen ($44,8 \text{ \AA}$ nach F.C.CHALKLIN (22)); Nb M ξ in 2 Ordnungen ($72,13 \text{ \AA}$ nach SIEGBAHN und MAGNUSSON (23)); Mo M ξ in 4 Ordnungen ($64,35 \text{ \AA}$ nach (23)); Al-L_{II,III}-Kante ($170,56 \text{ \AA}$ nach SKINNER (21)) und das direkte Bild (nullte Ordnung). Da die Wellenlängenangaben einzelner Autoren beim gleichen Element um einige Zehntel Angström differieren, ist die Eichkurve um diesen Betrag unsicher. Die obigen Punkte lassen sich innerhalb der Zeichengenaugigkeit auf einer leicht gekrümmten Kurve anordnen. Auf Grund dieser wechselseitigen Übereinstimmung darf man wohl annehmen, daß der absolute Fehler der Wellenlängenbestimmung nirgends größer als einige Zehntel Angström ist.¹⁾

Für die Auswertung wurde die Eichkurve stückweise durch Polynome zweiten Grades approximiert und daraus die Wellenlänge von Skalenteil zu Skalenteil fortschreitend berechnet. Bruchteile von Skalenteilen wurden linear interpoliert. Die Umrechnung der λ -Werte in Energiewerte erfolgte nach der Beziehung $E(\text{eV}) = 12395/\lambda (\text{\AA})$.

1) Für Nb existieren folgende Literaturwerte: $72,13 \text{ \AA}$ nach (23), $72,20 \text{ \AA}$ nach (24) und $71,95 \text{ \AA}$ nach (16). Da bei den vorliegenden Messungen eine Genauigkeit in der relativen Wellenlängenbestimmung von etwa $0,05 \text{ \AA}$ erreicht werden kann, ist es möglich, eine Entscheidung zwischen den einzelnen Literaturangaben dann herbeizuführen, wenn soviel experimentelles Material vorliegt, daß die Eichkurve stark vergrößert gezeichnet werden kann.

b. Die Bestimmung der Intensität $I(E)$.

Der SEV ist ein Photonen-zähler. Registriert man punktweise, so wird bei einer Spindelstellung x eine Zählrate von N_x Impulsen/min gemessen.

Es sei nun

$$N_x = N(x) \Delta x \quad (13)$$

wobei $N(x)$ die Zahl der Photonen pro Minute und Millimeter Spindellänge bedeute und Δx der der Spaltbreite a entsprechende Abschnitt auf der Spindel ist. Das ist so zu verstehen: die von dem Gitter unter dem Glanzwinkel ψ abgebeugte Strahlung tritt durch den senkrecht zum Strahl stehenden Spalt der Breite a . Dieser Breite entspricht auf dem Rowlandkreis die Strecke $\Delta l = a / \sin \psi$ und auf der Spindel die Strecke

$$\Delta x = \Delta l \cdot \cos \beta = a \cdot \cos \beta / \sin \psi, \quad (14)$$

wobei β der Winkel zwischen der Tangente an den Rowlandkreis im Spaltpunktmittelpunkt und der Spindelachse ist; $\sin \psi$ kann aus der Gittergleichung ermittelt werden.

Längs der Ausdehnung einer nicht zu breiten Emissionsbande kann man ψ und β als konstant ansehen und damit auch Δx . Über größere Bereiche des Rowlandkreises ist Δx eine sich langsam verändernde Größe, die auf Grund der Geometrie des Spektrographen im Prinzip bekannt ist, wenn auch aus meßtechnischen Gründen ein spezieller Wert nur ungenau bestimmt werden kann.

Jedem Wert x ist eindeutig eine Wellenlänge λ und dieser eine Frequenz ν zugeordnet. Aus der Konstanz der Photonenzahl (bei einer bestimmten Stellung der Spindel) folgt:

$$N(x) dx = N(\lambda) d\lambda = N(\nu) d\nu \quad (15)$$

$N(\lambda)$ und $N(\nu)$ sind analog $N(x)$ definiert.

Aus (13) und (15) folgt:

$$N(\nu) = d\lambda / d\nu \cdot dx / d\lambda \cdot N_x / \Delta x \quad (16)$$

Die Differentialquotienten gewinnt man aus der Eichkurve $\lambda = p + qx + rx^2$ und der Frequenz-Wellenlängebeziehung $c = \lambda \cdot \nu$.

Unter Verwendung von (14) erhält man dann aus (16)

$$N(\nu) = N_x \cdot \frac{\sin \psi}{\alpha \cos \beta} \cdot \frac{1}{q + 2rx} \cdot \frac{\lambda^2}{c} \quad (17)$$

Zwischen der gesuchten Intensität $I(E)$ (Energie pro Zeit und Frequenzintervall) und $N(\nu)$ besteht der Zusammenhang

$$I(E) = N(\nu) h\nu = N(\nu) hc / \lambda. \quad (18)$$

Gleichung (17) wurde für punktweise Registrierung abgeleitet. Sie gilt auch für Kurven, die mit dem Schreiber aufgenommen werden, falls das Profil des Spektrums entsprechend langsam abgetastet wird.

An dem Wert N_x müssen vor seiner Verwendung in (17) unter Umständen noch Korrekturen angebracht werden. Zunächst ist die Untergrundstrahlung von der Gesamtintensität abzuziehen. Die astigmatische Abbildung des Gitters macht bei wellenlängenmäßig weit ausgedehnten Emissionsbanden (z.B. Aluminium) eine weitere Korrektur erforderlich. Da jeder Spaltspunkt als Linie abgebildet wird, erhält man längs jeder Spektrallinie eine trapezförmige Intensitätsverteilung. Der Bereich konstanter Intensität hat die Ausdehnung

$$\overline{TT} = -a \frac{\sin \psi}{\sin \varphi} + l \cdot (\cos^2 \psi + \cos^2 \varphi \frac{\sin \psi}{\sin \varphi}),$$

wo a die Spaltlänge (= 10 mm) und l die Länge der Gitterstriche (= 12 mm) bedeuten. Mit zunehmendem Winkel ψ nimmt auch $\overline{TT}$ zu. Die Spektren sind auf konstantes $\overline{TT}$ umzurechnen.

4. Zusammenhang zwischen beobachteter Bandenform und Elektrendichte.

Nach TOMBOULIAN (25) ¹⁾ besteht zwischen der Dichte der Elektronenzustände $N(E)$ im Valenzband, der Übergangswahrschein-

¹⁾ Es wird hier Bezug genommen auf den von Tombouliau verfaßten Handbuchartikel, dem jedoch die Arbeiten von Skinner zu Grunde liegen.

lichkeit $P(E)$ und der Intensität $I(E)$ der Röntgenemissionsbanden der Zusammenhang

$$I(E) \sim P(E) \cdot N(E) \sim \nu^2 |\overline{M_{ok}}|^2 \cdot N(E), \quad (19)$$

wo ν die Emissionsfrequenz und $|\overline{M_{ok}}|^2$ das Matrixelement für den Dipolübergang von k nach o bedeuten. Um eine weniger verzerrte Darstellung der Dichteverteilung zu erhalten, werden die experimentellen Kurven in der Form $I(E)/\nu^2$ gezeichnet. Diese Darstellung wurde für Al und Al_2O_3 (aus Vergleichszwecken) gewählt.

Nach einem Vorschlag von SKINNER (21) ist es üblich geworden, $|\overline{M_{ok}}|^2 \sim \nu^2 \cdot F(E)$ zu setzen und die Intensität in Photonen/sec, also $N(\nu)$ in Gleichung (17), anzugeben. Dann geht (19) über in

$$I(E) = N(\nu) h \nu \sim \nu^4 \cdot F(E) N(E)$$

und es ist:

$$N(\nu) \sim \nu^3 \cdot F(E) N(E) \quad (20)$$

Für die Darstellung der Experimente wird $N(\nu)/\nu^3$ gewählt. (In den Abbildungen wird $I(\nu)$ geschrieben an Stelle von $N(\nu)$.)

Für kleine Energien, d.h. am langwelligen Bandrand, gilt nach JONES, MOTT und SKINNER (26) $N(E) \sim E^{1/2}$, $F(E) \sim E$ für Übergänge von $p \rightarrow s$, d.h. für die K-Spektren, und $F(E) = \text{const}$ für $s, d \rightarrow p$, d.h. für die L-Spektren. Damit erhält man für das langwellige Ende der Kurve $N(\nu)/\nu^3 \sim E^{3/2}$ für die K-Spektren und $N(\nu)/\nu^3 \sim E^{1/2}$ für die L-Spektren.

V. Die Aufnahme der Spektren, Ergebnisse und Diskussion.

1. Allgemeines.

In der Röntgenröhre konnten Vakua bis 7×10^{-9} Torr, im übrigen Spektrographen bis 3×10^{-6} Torr erreicht werden. Dabei erfolgte die Druckmessung in der Röhre mit einem offen installierten Meßsystem nach Bayard und Alpert. Während der Messungen wurde anfangs (je nach Röhrenleistung) ein Druck von $4-6 \times 10^{-8}$ Torr erreicht. Lag der Druck vor dem Einschalten der Elektronenkanone bei etwa 1×10^{-8} Torr, so stieg er bei geringen Strahlleistungen nach dem Einschalten kurzzeitig auf 3×10^{-8} Torr an, um sich dann auf etwa 2×10^{-8} Torr einzustellen. Dieser Druck konnte über viele Stunden aufrecht erhalten werden. Betrug die für das Wechseln der Probe erforderliche Belüftungszeit weniger als eine Stunde, war es möglich innerhalb von 4-6 Stunden erneut ein Vakuum von 4×10^{-8} Torr zu erreichen.

Da das Gitter in unmittelbarer Nähe der Röhre steht und über seine Halterung mechanisch mit dieser verbunden ist, mußte die Ausheizzeit auf 2,5 Stunden bei 300°C beschränkt werden, um die für das Gitter zulässige Höchsttemperatur von etwa 50°C nicht zu überschreiten. Vor jeder Messung wurde deshalb mehrmals bei 300°C ausgeheizt, wobei die Ausheizung der Elektronenkanone und der Gittervorrichtung gesondert erfolgte. Mit längeren Ausheizzeiten hätten sich wahrscheinlich noch bessere Vakua erzielen lassen, denn bei früheren Testmessungen ohne Gitter und nach längerem Ausheizen wurde ein Druck von 2×10^{-9} Torr erreicht.

Bis herab zu einem Druck von 1×10^{-8} Torr erwies sich die in der Röhre installierte und zur Abdeckung des Diffusionskanals gedachte Klappe als überflüssig. Es konnte beim Öffnen der Klappe keinerlei Druckanstieg beobachtet werden, d.h. die für eine günstige Spaltjustierung mit mehreren Freiheitsgraden ausgestattete Spaltkonstruktion arbeitete mit dem Diffusionskanal auch in vakuumtechnischer Hinsicht einwandfrei.

Obwohl die optische Anordnung wegen des streifenden Einfalls gegen Dejustierungen äußerst empfindlich ist, ließ sich

keine durch das Ausheizen bedingte irreversible Veränderung feststellen.

Die zu untersuchenden Präparate lagen in Form von Pulvern und Blechen vor. Von Al wurden auch Aufdampfschichten untersucht. Für die Messung wurden die Bleche auf den in Abb. 5 dargestellten Präparatsträger aufgeschraubt. Die anderen Substanzen wurden im Achatmörser (Si im Stahlmörser) fein zerrieben, in ganz dünner Schicht auf ein leicht angerauchtes Cu-Blech aufgerieben, unter einer Presse angedrückt, und schließlich wurde das Blech mit der Substanz an dem Präparatsträger festgeschraubt.

Vor jeder Messung waren die elektronischen Geräte mehrere Stunden angeschaltet, um konstante Temperaturverhältnisse zu gewährleisten. Nach dem Einschalten der Elektronenkanone wurde mit Hilfe der Ablenkplatten die nullte Ordnung auf maximale Intensität eingestellt. Die variable Ablenkung des Elektronenstrahls, die anfangs hauptsächlich dafür gedacht war, ein Aufdampfen von Wolfram auf die zu untersuchende Schicht zu verhindern, erwies sich für diese Intensitätsjustierung als äußerst vorteilhaft.

Der Brennfleck hatte eine Größe von etwa $4-5 \times 3 \text{ mm}^2$; die Röhrenspannung betrug 3 kV, die Ströme lagen zwischen 0,5 und 3,5 mA. Bei der Registrierung der Spektren wurde die Bewegung des Multipliers so eingestellt, daß das kleinste noch aufgelöste Wellenlängenintervall von dem Austrittsspalt in einer Zeit durchfahren wurde, die mindestens den dreifachen Wert der Dämpfungskonstanten des Integriergeräts hatte. Dadurch können Korrekturen, die durch die Registriergeschwindigkeit notwendig werden, vernachlässigt werden.

2. Die $L_{II,III}$ -Emissionsbanden von Aluminium und Aluminiumoxid.

a. Allgemeines.

Aluminium gehört wohl mit zu den am häufigsten untersuchten Substanzen im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlung. Bei fast jeder Neukonstruktion eines Spektrographen, bei dem der Bereich über $170 \text{ \AA}$ noch der Messung zugänglich ist, dient es zur Prüfung des Geräts und als eigentliches Meßobjekt.

Da die Ergebnisse der einzelnen Autoren weitgehend übereinstimmen, die Wellenlänge des hochenergetischen Steilabfalls als gut bekannt gilt und somit - nicht zuletzt auf Grund des guten Vakuums - keine besonderen Schwierigkeiten zu erwarten waren, sollte in der vorliegenden Arbeit das Al-Spektrum lediglich zeigen, wie der Spektrograph im Bereich von $200 \text{ \AA}$ arbeitet und einen Meßpunkt für die Eichkurve des Spektrographen liefern. Die Meßkurven zeigten jedoch Abweichungen von den bekannten früheren Ergebnissen, sodaß es sich als notwendig erwies, bei Aluminium genauere Untersuchungen anzustellen. Dabei war es möglich, wegen der kurzen Registrierzeiten und des niedrigen Drucks in der Apparatur einige Probleme nicht nur als solche festzustellen, sondern sie einer Messung zugänglich zu machen und an den Meßergebnissen entsprechende Korrekturen anzubringen.

Die experimentellen Schwierigkeiten und andere, mehr apparative Probleme, die sich bei den Untersuchungen an Aluminium ergaben, sind für den gesamten ultraweichen Spektralbereich charakteristisch und zeigen sich auch bei allen übrigen Messungen in mehr oder weniger ausgeprägter Weise. Deshalb sollen auch hier die Messungen an Al den übrigen Untersuchungen vorangestellt und die experimentellen Schwierigkeiten ausführlich diskutiert werden.

Ein ernstes Problem bei der spektroskopischen Untersuchung bildet der Kohlenstoff, der sich hauptsächlich aus der Gasphase unter dem Einfluß des Elektronenbombardements dauernd auf der Antikathode niederschlägt und damit bewirkt, daß neben der Al L-Strahlung auch die C K-Strahlung angeregt wird,

die dann häufig in vielen Ordnungen auftritt. Wegen der kurzen Wellenlänge der C K-Strahlung von nur $44,8 \text{ \AA}$ einerseits und der wellenlängenmäßig meist ziemlich ausgedehnten Spektren der Valenzbänder andererseits tritt das C-Spektrum als Überlagerung der anderen Spektren oft störend in Erscheinung.

Darüber hinaus wirkt die das Präparat bedeckende Kohlenstoffschicht als Absorber für die Elektronen und die emittierte Strahlung. Da die Kohlenstoffschicht auf der Antikathode linear mit der Zeit wächst und dabei stark vom Vakuum und dem Röhrenstrom abhängt, ändert sich auch die Intensität der Spektren fortwährend.

An weiteren Einflüssen sind die leichte Oxydierbarkeit des Aluminiums, sowie die Wellenlängenabhängigkeit des Reflexionsvermögens des Gitters und der Quantenausbeute des SEV zu nennen.

Aus dem Gesagten wird klar, daß zur Vermeidung dieser störenden Einflüsse Druck und Röhrenstrom möglichst klein gehalten werden müssen. Im folgenden soll gezeigt werden, wie stark diese Störeinflüsse bei Aluminium sind und wie man ihnen begegnet.

Daß die Al L-Emissionsbande von Aluminiumoxid ebenfalls behandelt wird, hängt, wie bereits angedeutet, damit zusammen, daß sich an Aluminiumoberflächen leicht eine Oxidschicht bildet, durch die das Spektrum des reinen Metalls störend beeinflusst wird. Darüber hinaus ergab sich bei Aluminium und Aluminiumoxid die interessante Möglichkeit, die zeitliche Veränderung der Spektren zu studieren.

b. Die Aufnahme der Spektren.

Aluminium wurde als massives Metall und als Aufdampfschicht untersucht, Aluminiumoxid als Pulver.

Für die Untersuchung von festem Aluminium wurde eine runde, 4 mm starke Platte von sehr reinem Material (99,99%) verwendet. Die Platte war in eine kreisförmige Öffnung des Präparathalters eingepreßt, damit sie stabilen Halt und guten thermischen Kontakt hat.

Der Druck lag bei den ersten Messungen zwischen 5 und 10×10^{-8} Torr, später bei $3\text{--}5 \times 10^{-8}$ Torr; die Röhre wurde bei

maximal 3 kV und 3,5 mA und minimal 3 kV und 0,5 mA betrieben. Die Registrierung erfolgte meist direkt mit dem Schreiber; nur einmal wurde das Spektrum durch punktweise Messung aufgenommen. Das bringt gegenüber dem Schreiber den Vorteil, daß man im Bereich der steil abfallenden Kante Meßpunkte mit großer Impulszahl besonders dicht legen kann. Zwischen den einzelnen Messungen der Al-Bande wurde die C K-Emissionsbande registriert.

Bei dem aufgedampften Aluminium handelt es sich ebenfalls um Material der Reinheit 99,99%. Es wurde aus einer Wendel durch Widerstandsheizung abgedampft. Die Wendel selber war aus einer Litze von 16 dünnen Wolframdrähten gefertigt.

Vor dem Aufdampfen wurde die Röhre mehrmals bei 300 °C ausgeheizt, die Aufdampfvorrichtung bis kurz unter den Schmelzpunkt des Aluminiums erhitzt und anschließend noch gegettert. Auf diese Weise ließ sich Aluminium bei 5×10^{-8} Torr verdampfen und bei demselben Druck messen.

Die Elektronenkanone war bereits während des Aufdampfens in Betrieb (3 kV; 1,2 mA). Der Aufdampfvorgang selbst dauerte 10-20 sec. Mit der Messung wurde etwa 15 sec nach Beendigung des Aufdampfens begonnen.

Es sei noch erwähnt, daß auf Kupfer aufgedampft wurde, dessen M-Bande mit der Al-Bande zusammenfällt. Durch Untersuchungen an reinem Kupfer konnte jedoch sichergestellt werden, daß der Einfluß der Kupferstrahlung, die sehr schwach ist und durch das aufgedampfte Aluminium weiter geschwächt wird, sicher kleiner als 1% ist.

Aluminiumoxid wurde bei 3 kV und 1,8-2,2 mA gemessen. Das Oxid lag, wie eine Debye-Scherrer-Aufnahme zeigte, in der γ -Phase vor. Beim Aufbringen der Substanz auf den Präparatsträger muß man auf eine gleichmäßige und dünne Verteilung achten, da das Oxid sonst unter dem Elektronenbeschuß sofort zu glühen anfängt. Bei den obigen Versuchsbedingungen konnte das Glühen des Präparats vermieden werden. Während der Aufnahme zeigte sich an der Stelle des Brennflecks eine bläuliche Fluoreszenz.

c. Der Einfluß des Kohlenstoffs.

Fast alle Aufnahmen von massivem Aluminium zeigen infolge der Kohlenstoffablagerung eine starke Zeitabhängigkeit der Intensität. Der störende Einfluß der Kohlenstoffemission, die sich in 4.Ordnung dem Aluminium-Spektrum überlagert (vgl. Abb.23), läßt sich leicht berücksichtigen, wenn man das Kohlenstoffspektrum einmal in mehreren Ordnungen aufnimmt und die Intensitätsverhältnisse zwischen den verschiedenen Ordnungen bestimmt. Dabei erhält man folgendes Ergebnis:

Ordnung	1	2	3	4	5	6	7
Intensität	1000	55	55	12	7	1,4	0,5

Auf diese Weise läßt sich durch die Intensitätsmessung einer C K-Bande (beliebiger Ordnung), die keinem anderen Spektrum überlagert ist, die Intensität des störenden Spektrums ermitteln und, da auch die Form dieses Spektrums bekannt ist, graphisch eliminieren. Bei den Aufnahmen, die für die Auswertung verwendet wurden, betrug der Anteil der C K-Bande bei $179,2 \text{ \AA}$ ($= 4 \times 44,8 \text{ \AA}$) weniger als 6% der Gesamtintensität.

In seiner Eigenschaft als Absorber, dessen Dicke mit der Zeit wächst, bewirkt der Kohlenstoff, daß bei langsamer Registrierung das Intensitätsverhältnis zwischen Anfang und Ende der Kurve verfälscht wiedergegeben wird. Wenn man jedoch ein Spektrum mehrmals hintereinander mißt, ist der Intensitätsverlauf als Funktion der Zeit bekannt, und man kann die richtige Intensität rechnerisch gewinnen. Diese Korrektur setzt allerdings voraus, daß der Absorptionskoeffizient in Abhängigkeit von der Wellenlänge bekannt ist.

Bei den ersten Messungen ergab sich ein rascher Abfall der Intensität. Innerhalb von knapp 3 Stunden fiel die Impulsrate von $9,3 \times 10^3 \text{ Imp./min}$ auf $1,4 \times 10^3 \text{ Imp./min}$, d.h. der Intensitätsverlust betrug 85%. Der Abfall erfolgte exponentiell. Zur Registrierung eines einzelnen Spektrums benötigt man 0,5 bis 1 Stunde, je nach Größe der Registriergeschwindigkeit.

Bei späteren Messungen betrug der Intensitätsabfall bei 3 kV und 0,9 mA noch 7% in 2,5 Stunden, und selbst bei einer

Röhrenleistung von 1,5 Watt und einem Vakuum von 3×10^{-8} Torr läßt sich das zeitliche Absinken der Impulsrate noch nachweisen.

In einer anderen Versuchsreihe von ca. 7 Stunden Dauer und einem Vakuum (je nach Röhrenleistung) zwischen 3 und 6×10^{-8} Torr ging die Intensität (bezogen auf einen Strom von 0,5 mA) von $2,5 \times 10^3$ Imp./min auf $0,85 \times 10^3$ Imp./min zurück. (Bei stark verschiedenen Röhrenleistungen lassen sich die Ergebnisse nur bedingt miteinander vergleichen, da wegen der verschiedenen Raumladung im Elektronenstrahl möglicherweise der Brennfleck seine Größe und Lage etwas verändert.) Obwohl die Impulsrate auf 34% ihres ursprünglichen Wertes zurückgegangen war, blieb die Form der Aluminium-Bande unverändert.

Wie die bisherigen Beobachtungen zeigen, kann man innerhalb der Meßgenauigkeit den Absorptionskoeffizienten von Kohlenstoff in dem Wellenlängenbereich von 170 und 200 Å als konstant annehmen und damit, wie bereits oben ausgeführt, den zeitlichen Intensitätsabfall rechnerisch korrigieren.

Bei ersten Versuchen, den Kohlenstoffbelag durch Abglimmen in einer Argonatmosphäre von 0,1 bis 1 Torr zu entfernen, ließ sich die Intensität des Kohlenstoffspektrums auf den dritten Teil reduzieren.

Bei aufgedampftem Aluminium wurde ebenfalls die zeitliche Abhängigkeit der Intensität untersucht; dabei wurde mit der Messung etwa 15 sec nach Beendigung des Aufdampfens begonnen. Der SEV war auf das Hauptmaximum der Aluminium-Bande eingestellt. Die Zählrate fiel exponentiell, war nach 30 min um 16% gefallen und in einen nahezu linearen und horizontalen Verlauf eingemündet. Während der anschließenden 140 min blieb die Intensität fast konstant. Die Intensität des C K-Emissionsspektrums erster Ordnung¹⁾ stieg im Laufe der etwa dreistündigen Beobachtungszeit auf $2,6 \times 10^3$ Imp./min an. Das

1) Im folgenden wird die Ordnung des Spektrums durch eine in Klammern angefügte römische Ziffer gekennzeichnet; z.B. C K-Spektrum(I).

ergibt 30 Imp./min für das C K-Spektrum(IV) gegenüber den 1300 Imp./min des Al-Spektrums der gleichen Wellenlänge. Die Aufdampffläche war nach der Untersuchung noch blank; die Umrisse des Brennflecks waren bei günstiger Beleuchtung gerade zu erkennen.

In einer früheren Arbeit haben FISHER et al.(8) ebenfalls die zeitliche Abnahme der Impulsrate von im Vakuum nachträglich mechanisch gereinigten Oberflächen bei Li, Mg und Al untersucht und bei Mg einen großen Unterschied im Intensitätsabfall zwischen einem Druck von 4×10^{-6} Torr (1,7% Abnahme in 5 min) und einem Druck von 8×10^{-6} Torr (29% Abnahme in 5 min) beobachtet. Für Al liegt nur eine entsprechende Messung vor, bei der der Intensitätsverlust 5,3% in 5 min beträgt; man erwartet jedoch ähnliche Verhältnisse wie bei Mg. Im Gegensatz dazu wurde bei den vorliegenden Messungen an einer frischen Aufdampfschicht ein Intensitätsverlust von immerhin 2,7% in 5 min festgestellt, obwohl das Vakuum um zwei Zehnerpotenzen besser war als bei FISHER et al.; hingegen stimmt die bei den Aufdampfversuchen beobachtete Zunahme der Zählrate der Kohlenstoffstrahlung, die die Ursache für die Abnahme der Intensität des Al-Spektrums ist, gut mit den von HOLLIDAY (16) angegebenen Werten überein, die bei 10^{-7} Torr an Hg- und Öldiffusionspumpen ermittelt wurden.

Diese Inkonsistenz der Ergebnisse legt die Vermutung nahe, daß bei einer nachträglichen mechanischen Reinigung der Oberflächen im Vakuum, wie sie FISHER et al. durchgeführt haben, und wie sie auch von anderen Autoren angewendet wird, reproduzierbare und einwandfreie Ergebnisse nicht zu erhalten sind.

d. Aluminium. Ergebnisse und Diskussion.

In Abb. 21a ist die Al $L_{II,III}$ -Emissionsbande, wie man sie direkt bei der Messung erhält, dargestellt. (Der hochenergetische Teil der Bande, der durch punktweise Messung gewonnen wurde, und der in anderem Zusammenhang diskutiert wird, ist in Abb. 24 zu sehen.) Abb. 21b zeigt zum Vergleich eine Photometerkurve der Aluminium-Bande, wie sie von CADY und TOMBOULIAN (28) erhalten wurde.

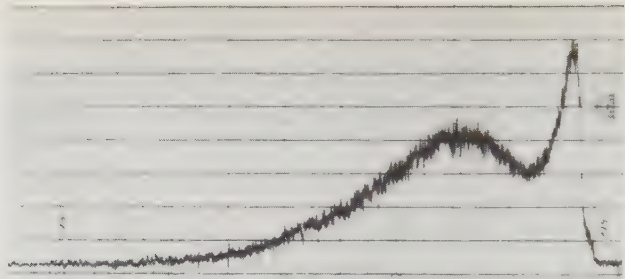


Abb.21a. Die Al L_{II,III}-Emissionsbande von aufgedampftem Aluminium.

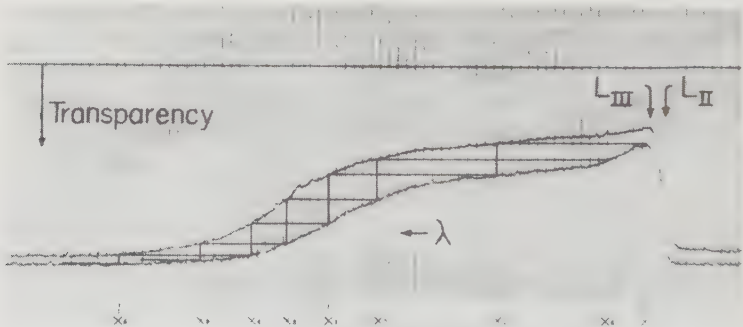


Abb.21b. Photometerkurve einer einstündigen und einer zweistündigen Aufnahme der Al L_{II,III}-Bande (nach CADY und TOMBOULIAN (28)).

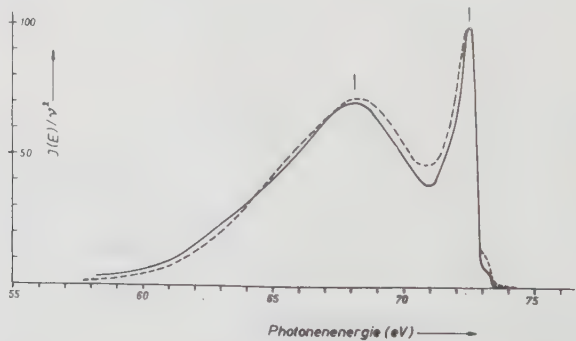


Abb.22. $I(E)/v^2$ -Kurve der L_{II,III}-Emissionsbande für aufgedampftes (gestrichelt) und massives Aluminium (ausgezogen).

In Abb. 22 ist für massives und aufgedampftes Material $I(\nu)/\nu^2$ gegen die Photonenenergie aufgetragen. Die Kurven stellen jeweils das Mittel aus mehreren Messungen dar. Die Maximalenergie der L_{III} -Bande also der Einstiegsfall auf der hochenergetischen Seite, die neue Spitze (Hauptmaximum) bei 70,47 eV, die tiefe Einsattelung bei 71 eV und der breite Buckel (Nebenmaximum), der bei 68,2 eV sein Maximum hat und dann in den langwelligigen Schwanz ausläuft. Am Ende der hochenergetischen Seite ist noch die L_{II} -Bande angedeutet, die von wesentlich geringerer Intensität als die L_{III} -Bande ist.

Die beiden Kurven in Abb. 22 stimmen in ihrem Verlauf recht gut überein; lediglich beim aufgedampften Material zeigt sich eine etwas weniger ausgeprägte Einsattelung als beim massiven Material.

In Abb. 23 sind die Ergebnisse mehrerer Autoren zusammengestellt. Die Identifizierung wurde der Arbeit von SAGAWA (27), der die Daten anderer Autoren auf $I(\nu)/\nu^2$ umrechnete, entnommen und durch die Ergebnisse der eigenen Messungen ergänzt.¹⁾ Außerdem wurde noch die Al_2O_3 -Kurve aus Abb. 25 und das Kohlenstoffspektrum in 4. Ordnung schematisiert eingezeichnet.

Im Vergleich der einzelnen Ergebnisse früherer Messungen zeigt zunächst, daß sich im Bereich zwischen 58 und 71 eV die Kurven von SAGAWA (27) und GADY u. TOMBSHILLIAN (28) fast völlig decken. Die Kurve von SKINNER (21) liegt zwar unterhalb von 64,8 eV über, oberhalb dieses Wertes unter den Werten der anderen Autoren, stimmt aber in ihrem Verlauf ganz gut mit diesen überein. Die Messung von GALE u. TROTT (29) hingegen verläuft durchweg, bis zu den niedrigsten Energien, über den anderen Kurven. Dies kann seine Ursache in

¹⁾ Da der Vergleichsbezugspunkt der Kurven der anderen Autoren nicht einheitlich ist, wurden die Kurven in Abb. 23 auf einen gemeinsamen Nullpunkt der Intensität der schwachen L_{II} -Bande nur unter der Annahme angeordnet, daß diese Bande das gleiche Profil wie die L_{III} -Bande hat, und da die beiden Banden energetisch nur wenig voneinander verschoben sind, bedeutet die Identifizierung im wesentlichen nur, daß die L_{II} -Bande um einen konstanten Faktor verschoben wird. Die letzten Kurven wurde bei den eigenen Messungen auf diese Korrektur verzichtet.

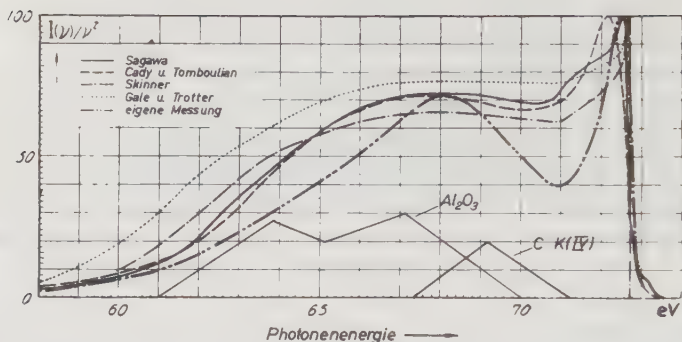


Abb.23. $I(E)/v^2$ -Kurven der Al L-Emissionsbande nach Messungen verschiedener Autoren (nach SAGAWA).

der Normierung haben. Da der Wert des scharfen Maximums sehr empfindlich auf die verschiedensten Einflüsse anspricht, ist es für die Normierung nicht besonders geeignet.

Im hochenergetischen Teil oberhalb von 71 eV weichen die Kurven stärker von einander ab; die beste Übereinstimmung besteht zwischen den Beobachtungen von GALE und TROTTER und SAGAWA, während die Ergebnisse von SKINNER und CADY u. TOMBOULIAN sowohl in der Kurvenform als auch in der Lage der Maxima starke Unterschiede zeigen.

Während die bisher erwähnten Ergebnisse auf photographischem Weg erhalten wurden, liegen an vergleichbaren Messungen mit photoelektrischer Registrierung nur die von CRISP und WILLIAMS (30) vor. Die von diesen Verfassern gefundene Kurve gleicht weitgehend der von SAGAWA.

Läßt man in Abb.23 die Werte oberhalb von 72 eV außer Betracht, so kann man zwischen den einzelnen Ergebnissen der früheren Messungen eine gute Übereinstimmung feststellen.

Ein Vergleich dieser Literaturwerte mit den in der vorliegenden Arbeit gewonnenen (vgl. Abb.23) zeigt, daß der Gesamtverlauf der Kurven zwar grundsätzlich übereinstimmt, daß

aber in den Bereichen zwischen 62 und 67 eV und zwischen 69 und 72 eV erhebliche Abweichungen bestehen. Diese Abweichungen treten bereits in den Registrierkurven (Abb.21a und Abb.21b) deutlich hervor. Die Photometerkurve von CADY und TOMBOULIAN ist charakteristisch für alle photographischen Aufnahmen bei Aluminium.

Tabelle 1

Aufnahmedaten für die Al L-Emissionsbanden nach Messungen verschiedener Autoren.

	Druck (Torr)	Spannung (kV)	Strom (mA)	Belichtungs- bzw. Regi- strierzeit (Std.)	Auflösungs- vermögen d (Å)
Sagawa(27)	$4-8 \times 10^{-6}$	2	100	13 und 21	0,12 (0,05 in 3.Ordn.)
Cady und Tomboulia(28)	4×10^{-6}	1,45	200	1 und 2	0,44
Skinner(21)	$ca. 10^{-6}$	3,5	10-100	Stunden	0,2
Gale und Trotter(29)	5×10^{-7}	2,5	100	-	0,3
Crisp und Williams(30)	$1-2 \times 10^{-6}$	4	2	0,1-0,3(?)	0,9
Messungen des Verfassers	$3-6 \times 10^{-8}$	3	2	0,6-1,3	0,33

Da die Gründe für diese Diskrepanz in den unterschiedlichen Versuchsbedingungen zu suchen sind, sollen diese zunächst etwas näher betrachtet werden. Dazu wurden in Tabelle 1 die Aufnahmedaten der einzelnen Autoren zusammengestellt, soweit sie aus der Literatur zu entnehmen sind.

Die ersten vier Autoren haben sich der photographischen Platte, die beiden letzten des SEV bedient. Es fällt besonders auf, daß bei der photographischen Registrierung, trotz längerer Belichtungszeiten, die Röntgenröhre mit einer um ein Vielfaches größeren Leistung betrieben wurde als bei der photoelektrischen Registrierung. Während man bei der Registrierung mit dem Multiplier mit Leistungen unter 10 Watt ohne weiteres

auskommt, sind bei photographischer Registrierung solche von einigen hundert Watt üblich.

Wie Tabelle 1 weiter zeigt, wurden die meisten Untersuchungen bei einem Druck zwischen 10^{-5} und 10^{-6} Torr durchgeführt.

Inwieweit beeinflussen diese unterschiedlichen Aufnahmedaten die Ergebnisse?

Nach den Untersuchungen über den Einfluß des Kohlenstoffs (Kapitel V.c.) und den absichtlich bei einem Druck von $1-2 \times 10^{-6}$ Torr und ohne Verwendung von flüssiger Luft durchgeführten Messungen (Kap.V.g.) ist bei den photographischen Aufnahmen wegen der großen Röhrenströme und des hohen Drucks mit einem sehr raschen Anwachsen der Kohlenstoffschicht und der C K-Emission(IV) und mit einer entsprechend starken Verminderung der Intensität der Aluminium-Strahlung zu rechnen. Mehrere Autoren suchen diesem Umstand zu begegnen, indem sie ihre Aufdampfschichten alle 5 bis 10 min erneuern. Der Kohlenstoffniederschlag dürfte aber auch in dieser kurzen Zeit beachtlich sein. Außerdem ist es nicht sicher, ob ein Kohlenstoff-Aluminium-Sandwich das gleiche Spektrum liefert wie das massive Material. Es hat sich nämlich gezeigt (30), daß bei Aufdampfschichten die Unterlage die Form des Spektrums beeinflußt.

Nach Abb.23 erstreckt sich die C K-Bande(IV) etwa von 67 bis 71 eV. Wenn sich das C K-Spektrum(IV) dem Aluminium-Spektrum im Bereich der Einsattelung überlagert, wird zwar der richtige Verlauf der Einsattelung verfälscht, jedoch dürfte auch bei intensiver Kohlenstoff-Strahlung die Einsattelung höchstens in ihrer halben Breite "aufgefüllt" werden. Trotzdem ist bei den photoelektrisch registrierten Kurven von CRISP und WILLIAMS und bei den photographischen Aufnahmen die Einsattelung kaum angedeutet.

Zur Klärung dieser Tatsachen ist man im Augenblick noch auf Vermutungen angewiesen. Bei CRISP und WILLIAMS könnte die Ursache in der Kombination von schlechtem Vakuum, geringem Auflösungsvermögen ($\Delta\lambda = 0,9 \text{ \AA}$) und zu hoher Registriergeschwindigkeit liegen. Das geringe Auflösungsvermögen allein reicht

zur Erklärung nicht aus; denn mit demselben Auflösungsvermögen haben CRISP und WILLIAMS auch das Si L-Spektrum aufgenommen, das mit den Ergebnissen des Verfassers in bestem Einklang steht.

Auch bei den photographisch gewonnenen Kurven kann das Fehlen der Einsattelung nicht mit der C K-Emission(IV) allein erklärt werden. SAGAWA hat das Al-Spektrum in drei Ordnungen untersucht und bei der 3.Ordnung keine bemerkenswerten Abweichungen von der 1. und 2.Ordnung gefunden, obwohl der Einfluß des C K-Spektrums(XII) auf das Al-Spektrum(III) sicher gering ist.

Es ist denkbar, daß die Abweichungen auf einen grundsätzlichen Unterschied zwischen photographischer und photoelektrischer Registrierung zurückzuführen sind. Während nämlich bei der photoelektrischen Registrierung die Strahlung senkrecht oder nahezu senkrecht durch den Austrittsspalt tritt und dann auf den SEV fällt, trifft sie beim Film unter einem Winkel von nur wenigen Graden ($<10^\circ$ bei $200 \text{ \AA}$) auf. Kleine Unebenheiten der Filmoberfläche, Justierfehler und evtl. Streuvorgänge in der Schicht bewirken eine Verbreiterung des Bildes. Ob diese Effekte die Abweichungen zu deuten vermögen, ist noch eine offene Frage. Etwas Sicheres kann erst gesagt werden, wenn Messungen auf photographischem und photoelektrischem Weg an derselben Apparatur gewonnen wurden. Solche Messungen sind geplant, mit den Vorarbeiten wurde bereits begonnen.

Aus Abb.23 ist zu ersehen, daß sich die Al L-Bande von Al_2O_3 von 62 bis 70 eV erstreckt. Wenn man annehmen darf, daß sich an der Aluminiumoberfläche eine Oxidschicht ausbildet, deren Spektrum sich demjenigen des reinen Aluminiums überlagert, ist die größere Intensität der früheren Messungen in dem Energieintervall zwischen 62 und 68 eV verständlich.

Schließlich sei noch auf zwei Faktoren hingewiesen, die meist wenig beachtet werden: die Wellenlängenabhängigkeit des Reflexionsvermögens des Gitters und der Quantenausbeute

der Photokathode, bzw. der Empfindlichkeit der photographischen Platten.

Nach TOMBOULIAN (25,S.265) steigt das Reflexionsvermögen eines Gitters bei einem festen Einfallswinkel mit zunehmender Wellenlänge über einen größeren Wellenlängenbereich stetig an. Bei LUKIRSKII (20) steigt es zunächst steil an und fällt dann gegen größere Wellenlängen sehr langsam ab. Einen ähnlichen Verlauf zeigen auch die Echelettegitter. Nach HOLLIDAY (16) und auf Grund von Intensitätsvergleichen zwischen den Messungen des Verfassers und denen anderer Autoren liefert ein Echelettegitter im Bereich des Blazewinkels maximale Intensität; nach kürzeren Wellenlängen fällt das Reflexionsvermögen steil, nach längeren weniger steil ab. Dabei wird eine starke Abhängigkeit dieses Verlaufs vom Blazewinkel beobachtet. Unabhängig von ihrer speziellen Form sind jedoch alle Kurven glatt.

Die Quantenausbeute nimmt mit abnehmender Photonenenergie zu und weist im Bereich von Absorptionskanten eine Unstetigkeit auf. Für Wolfram liegen in dem hier zur Diskussion stehenden Bereich zwar keine Messungen der Quantenausbeute vor, jedoch liegt nach SANDSTRÖM (32) die Energie des O_I -Niveaus bei 73 eV, fällt also mit dem L_{III} -Niveau von Aluminium zusammen. Liegt die Kante bei 73 eV oder einer etwas größeren Energie und ist der Sprung sehr ausgeprägt, dürfte der Einfluß der Kante auf die Struktur der Aluminium-Bande gering sein. Für den Fall, daß die Kante etwas unterhalb von 73 eV liegt, ist entsprechend der Höhe der Kante ein Einfluß zu erwarten.

Da das Verhältnis der Intensitäten im Bereich der Emissionskanten von Al L_{III} zu Al L_{II} in Übereinstimmung mit den photographischen Ergebnissen 9:1 beträgt und das Verhältnis der beiden Intensitätsmaxima (bei 68 und 72,5 eV) ebenfalls übereinstimmt, kann man schließen, daß die O_I -Kante von W weder direkt mit dem Steilabfall der Al L_{III} -Emissionskante zusammenfällt, noch zwischen den beiden Maxima liegt. Daß eine ausgeprägte Struktur im langwelligen Bereich der O_I -Kante die tiefe Einsattelung bei 71 eV bewirkt, ist auf Grund der Erfahrungen bei anderen Kanten nicht sehr wahrscheinlich.

Zur weiteren Sicherung der Ergebnisse sollte jedoch das Aluminium-Spektrum auch mit einem CuBe-Multiplier untersucht werden.-Es sei an dieser Stelle noch vermerkt, daß die $M_{IV,V}$ -Kante von Brom nach (32) ebenfalls in diesem Bereich, nämlich bei 72 eV liegt.

Genauere Untersuchungen liegen auch für photographische Schichten nicht vor. Alle Autoren setzen voraus, daß die Schwärzung nur von der Photonenzahl abhängt, obwohl gerade neuere Messungen von RUMSH et al. (33) darauf hindeuten, daß im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlen die Schwärzung in starkem Maß von der Photonenenergie abhängt. Bei photographischen Aufnahmen wird ferner die Gültigkeit des Reziprozitätsgesetzes vorausgesetzt.

Wenn auch die Abhängigkeit der Quantenausbeute und des Reflexionsvermögens von der Wellenlänge im einzelnen quantitativ noch nicht bekannt ist, so kann man doch mit einiger Sicherheit sagen, daß sich mögliche Korrekturfunktionen im Bereich nicht zu ausgedehnter Banden durch einen linearen Zusammenhang mit der Wellenlänge darstellen lassen. Dies gilt u.U. nicht mehr für Aufnahmen des Aluminium-Spektrums in höherer Ordnung.

Zusammenfassend kann man feststellen: Bei der Messung des Al $L_{II,III}$ -Spektrums ergaben sich unerwartete Schwierigkeiten, die zu einer ausgedehnten Untersuchung über den Einfluß des auf der Antikathode niedergeschlagenen Kohlenstoffs auf das Aluminium-Spektrum führten. Da die Untersuchungen bei einem Vakuum von einigen 10^{-8} Torr und einer Röhrenleistung von nur 6 W durchgeführt wurden, und da ferner in dem SEV ein empfindlicher Detektor zur Verfügung stand, konnten die Auswirkungen des Kohlenstoffs genau bestimmt und eliminiert werden. Die vorliegende Messung weicht von allen früheren Messungen in 2 Bereichen ab. Besonders auffallend ist dabei die stark ausgeprägte Einsattelung bei 71 eV. Genaue Gründe, die zu diesen Abweichungen führen, lassen sich im Augenblick noch nicht angeben. Neben einer Oberflächenoxydation des Aluminiums und der Verunreinigung der Oberfläche

durch Kohlenstoff dürften grundsätzliche Mängel der photographischen Registrierung verantwortlich sein. Darauf wird im Zusammenhang mit den Messungen an Silicium noch näher eingegangen.

e. Der Einfluß der Fensterkurve auf die Al $L_{II,III}$ -Kante.

Zum Schluß soll noch gezeigt werden, wie sich der Einfluß der endlichen Breite der Fensterkurve auf den hochenergetischen Steilabfall der Al L_{III} -Kante durch die Annahme einer dreieckförmigen Intensitätsverteilung eliminieren läßt. Die Punkte in Abb.24 stellen die durch punktweises Ausmessen erhaltenen Ergebnisse dar; die senkrechten Balken geben den Fehler in Imp./min an.

Das gestrichelt eingezeichnete Profil entspreche etwa ab 172 Å nach kürzeren Wellenlängen hin der wahren Kurve. Die Faltung dieses Dreieckprofils mit der Fensterkurve der Halbwertsbreite B' (in Å), die nach Gleichung (12) in Kapitel IV ausgeführt wurde, liefert die als Kreuze eingezeichneten Werte.¹⁾ Zwischen 174 und 171 Å liegen die Kreuze auf der Dreieckseite, da bei breiten Kurven der Einfluß der Fensterkurve gering ist. Von etwa 171,5 Å an stimmen die Kreuze mit der gemessenen Kurve bis etwa 170,2 überein. Das Dreieckprofil approximiert also unterhalb von 172 Å die L_{III} -Kante recht gut.

Zieht man von der gemessenen Kurve die durch Faltung des Dreiecks entstandene Kurve ab, so bleibt am kurzwelligen Ende von dem der L_{II} -Kante entsprechenden Anteil noch eine kleine nicht ganz symmetrische Linie übrig. Nimmt man für die "wahre Linie" eine Gaußverteilung an, so wird die gemessene Kurve in der Nähe des Maximums auf besser als 10% approximiert, und über die ganze Linie hinweg ist die Abweichung nirgends größer als der Absolutbetrag des Fehlers in der Nähe des Maximums.

Die (fein)gestrichelte Linie stellt somit die wahre Kurve dar. Während der Anstieg der Kante bei der gemessenen Kurve

1) Herrn cand.phys.H.Becker danke ich für seine Hilfe bei der Ausführung der umfangreichen Rechenarbeiten.

6400 Imp./min/Å beträgt, ergibt sich für die wahre Kurve ein um 22% steilerer Anstieg, nämlich 7800 Imp./min/Å.

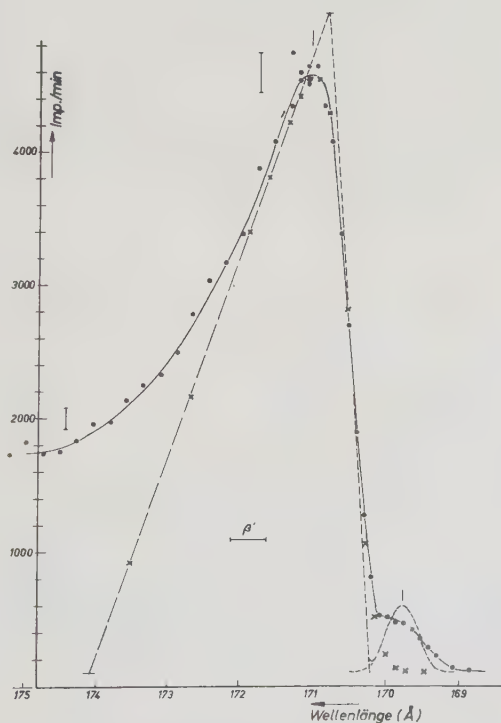


Abb.24. LII, LIII-Emissionskante von Aluminium.
Die Punkte stellen die Meßwerte dar. Die Kreuze ergeben sich durch Faltung des hypothetischen dreieckförmigen Intensitätsverlaufs mit der Fensterkurve der Halbwertsbreite β' .

f. Aluminiumoxid. Ergebnisse und Diskussion.

Die Ergebnisse der Untersuchungen der Al L-Emissionsbande von Al_2O_3 sind in Abb.25 dargestellt; es wurde $I(E)/\nu^2$ gegen die Photonenenergie aufgetragen. (Abb.28a zeigt die ursprüngliche Meßkurve, die in anderem Zusammenhang diskutiert wird.) Das Spektrum besteht aus einer Bande, die sich von etwa 60 eV bis 72 eV erstreckt und sich aus der Überlagerung zweier Teilbanden zusammensetzt. Das Maximum des bei niedrigen Energien gelegenen Teilbandes liegt bei 63,8 eV ($=193,9 \text{ \AA}$) und hat etwa 80% der Intensität des Hauptmaximums, das bei 67,2 eV ($=184,7 \text{ \AA}$) liegt.

Diese Wellenlängenwerte sind in guter Übereinstimmung mit den Werten, die sich aus den Photometerkurven von SIEGBAHN und MAGNUSSON (34) ergeben. Ihre entsprechenden Werte sind: $184,00 \text{ \AA}$ und $195,6 \text{ \AA}$, wobei allerdings die beiden Maxima gleich hoch sind. Die Photometerkurve von COSTER und HOF (35), die das Spektrum in 2.Ordnung aufgenommen haben, zeigt ebenfalls zwei Maxima, von denen das bei einer größeren Wellenlänge gelegene etwas niedriger ist. Allerdings kann man sich aus der Photometerkurve kein Bild über die Untergrundstrahlung machen, sodaß die Angabe über das Intensitätsverhältnis der Maxima unsicher ist. Bei der Intensitätskurve von O'BRYAN und SKINNER (36) (Abb.26) ist die Bande nicht so weit aufgelöst, daß zwischen den beiden Teilbanden eine Einsattelung auftritt. Für das Hauptmaximum ist die Wellenlänge mit $183 \text{ \AA}$ angegeben.

Die Aufnahme von O'BRYAN und SKINNER zeigt noch eine Besonderheit (s.Abb.26), die von ihnen bei zahlreichen Oxiden beobachtet wurde: auf der hochenergetischen Seite der Al_2O_3 -Bande tritt nochmals eine Bande auf, die etwa 30% der Maximalintensität aufweist. Diese Bande gleicht in ihrer Intensitätsverteilung in auffallender Weise dem entsprechenden O K-Spektrum. Bei Al_2O_3 ist dieser Sachverhalt durch die Unsicherheit des ebenfalls an dieser Stelle gelegenen C K-Spektrums(IV) nicht so gut zu erkennen, wie beispielsweise bei MgO oder B_2O_3 .

In den hier vorliegenden Messungen an Al_2O_3 konnte diese zusätzliche Bande nicht beobachtet werden, obwohl sie bei einem Intensitätsverhältnis von 30:100 hätte leicht erkannt werden müssen. Dies deutet darauf hin, daß bei O'BRYAN und SKINNER die relativen Intensitätsverhältnisse nicht richtig wiedergegeben sind, obwohl es sich in Abb.26 um eine $I(E)$ -Kurve und keine Photometerkurve handelt.¹⁾ Gestützt wird diese Ansicht durch neuere Untersuchungen von HOLLIDAY (16), der bei B_2O_3 beide Liganden vermessen hat. Dabei ist die Intensität des kurzwelligen Satelliten höchstens 5% derjenigen des Maximums der Hauptbande, während O'BRYAN und SKINNER bei der gleichen Untersuchung etwa 25% fanden.

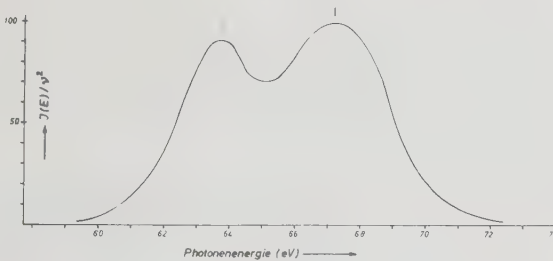


Abb.25. $I(E)/v^2$ -Kurve der $\text{Al } L_{\text{II,III}}$ -Emissionsbande von Al_2O_3 .

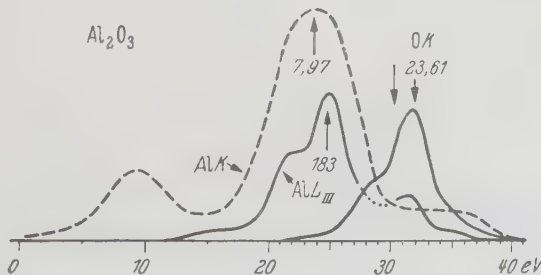


Abb.26. Intensitätskurve $I(E)$ der Emissionsbanden beider Atomarten von Al_2O_3 nach O'BRYAN und SKINNER (36). (Gestrichelte Kurve nach KARLSON und SIEGBAHN.)

¹⁾ Eine ausführlichere Diskussion findet sich im Zusammenhang mit der Beschreibung der Ergebnisse von Silicium.

g. Die Beobachtung zeitlich veränderlicher Vorgänge an
Al und Al_2O_3 .

Während der Untersuchungen an Aluminium und Aluminium-oxid bot sich die Möglichkeit, eine zeitliche Veränderung der Spektren zu beobachten. Infolge der kleinen Ströme und des niedrigen Drucks in der Röntgenröhre liefen die Vorgänge auf der Antikathode entsprechend langsam ab, und auf Grund der Empfindlichkeit des SEV war es möglich, die "Meßpunkte" so dicht zu legen, daß sich daraus ein klares Bild des zeitlichen Ablaufs ergibt.

Wie bereits ausführlich dargelegt wurde, beeinflußt die Ablagerung von Kohlenstoff auf der Antikathode die Al-Emissionsbande sehr störend. Abb.27 zeigt diese Verhältnisse in besonders markanter Weise an einer Versuchsreihe, die durch mehrmaliges Registrieren des Spektrums bei 3 kV, 1,2 mA und bei einem Druck von $1-2 \times 10^{-6}$ Torr ohne Verwendung von flüssiger Luft aufgenommen wurde.

In Kurve a ist die Zeitabhängigkeit der Impulsrate für das Hauptmaximum von Al (72,5 eV), das durch die C K-Emission (IV) nicht beeinflußt wird, dargestellt. Die Meßpunkte sind

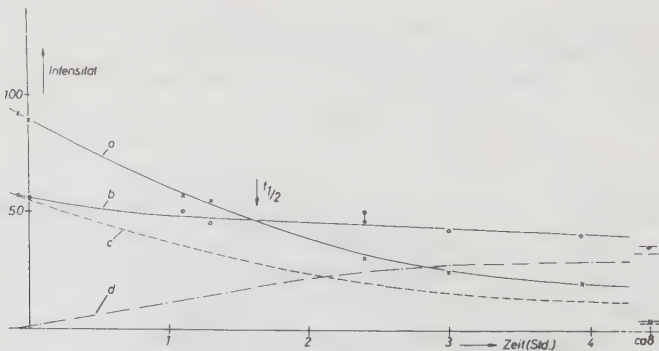


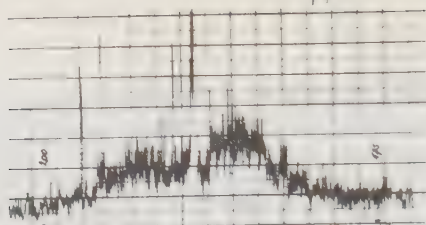
Abb.27. Zeitabhängigkeit der Intensität der Al L-Bande.
(Erklärungen im Text.)

durch Kreuze gekennzeichnet. Die Kurve b (Kreise) zeigt den Verlauf der Impulsrate an der Stelle des C K-Maximums(IV), das mit dem Al-Nebenmaximum (68,2 eV) fast zusammenfällt. Ist zur Zeit $t = 0$ der Anteil des C-Spektrums(IV) an der Kurve b bekannt, so kann unter der Annahme, daß das Intensitätsverhältnis zwischen Haupt- und Nebenmaximum bei Al konstant bleibt (was durch den konstanten Absorptionskoeffizienten des Kohlenstoffs gewährleistet ist) für das Nebenmaximum Kurve c berechnet werden. Die Differenz zwischen den Kurven b und c ergibt den jeweiligen Anteil der C-Strahlung an der Gesamtintensität (Kurve d). Die links von der Ordinate eingetragenen Punkte stellen extrapolierte Werte dar, die an einer frischen Aufdampfschicht ermittelt wurden.

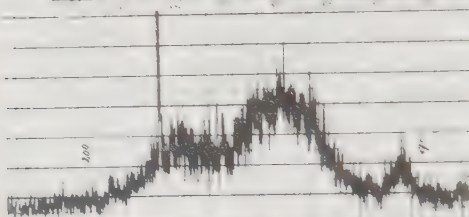
Der Intensitätsabfall des Hauptmaximums erfolgt exponentiell; die Halbwertszeit $t_{1/2}$ beträgt etwa 100 min. Die sechs Messungen überdecken einen Zeitraum von etwa 4 Stunden. Nach 8 Betriebsstunden wurde nochmals ein Spektrum aufgenommen. Die Kohlenstoffschicht ist dann bereits so stark geworden, daß die Al-Strahlung nur noch 5% ihrer ursprünglichen Intensität ausmacht und gleichzeitig die Intensität der C-Strahlung einem Sättigungswert zustrebt.

Obwohl nach 8-stündiger Meßzeit das C K-Spektrum(IV) das Hauptmaximum der Al-Bande um ein Mehrfaches an Intensität übertrifft, bleibt zwischen beiden eine deutlich ausgeprägte Einsattelung bestehen, wie sie auf Grund der bekannten Lage der Spektren (und wie in Abb.23 angedeutet) zu erwarten ist. Damit ist direkt gezeigt, daß die unterschiedlichen Ergebnisse im Bereich von 72-74 eV zwischen den früheren Messungen an Al und den hier vorliegenden nicht mit der Kohlenstoffemission allein erklärt werden können.

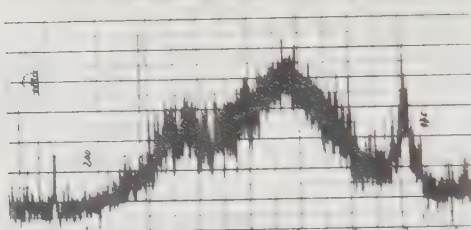
Als weiteres Beispiel dafür, wie auf Grund der kurzen Registrierzeit die Dynamik eines Vorgangs beobachtet werden kann, sei die zeitliche Veränderung des Al_2O_3 -Spektrums bei einem Druck von einigen 10^{-8} Torr angeführt (Abb.28). Bei dieser bestimmten Versuchsreihe betrug der Druck vor Beginn der Messung $1,5 \times 10^{-8}$ Torr, stieg gleich nach dem Einschalten der



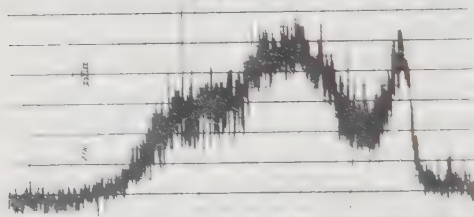
a.
Zeit: Anfang 10min
Ende 40min
Röhre: 3 kV; 1,8 mA.



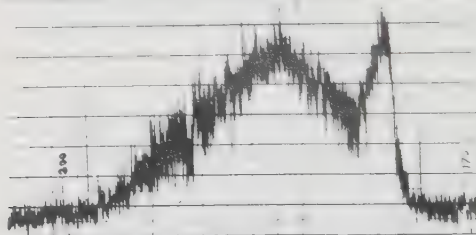
b.
Zeit: Anfang 96min
Ende 165min
Röhre: 3 kV; 2,2 mA.



c.
Zeit: Anfang 225min
Ende 300min
Röhre: 3 kV; 2,2 mA.



d.
Zeit: Anfang 465min
Ende 640min
Röhre: 3 kV; 2,2 mA.



e.
Zeit: Anfang 830min
Ende 920min
Röhre: 3 kV; 2,6 mA.

Abb. 28. Zeitliche Veränderung der Al L-Emissionsbande in Al_2O_3 .
(Zeitachse, mit Ausnahme von e, von rechts nach links.)

Elektronenkanone auf $5,7 \times 10^{-8}$ Torr und fiel innerhalb der ersten 30 min auf 3×10^{-8} Torr, um im weiteren Verlauf des Experiments den Wert 2×10^{-8} Torr anzunehmen. Die Abb. 28a-e zeigen Teile des Registrierstreifens einer ausgedehnten Meßreihe, wobei die an den Abbildungen angegebenen Zeiten das für die Registrierung der speziellen Kurve erforderliche Zeitintervall wiedergeben. Die Zeitachse verläuft mit Ausnahme der Kurve e von rechts nach links.

Während Abb. a die Al_2O_3 -Bande darstellt¹⁾, tritt in Abb. b (rechts im Bild) ein zusätzliches Maximum auf, das, wie die Abb. b, c und d zeigen, fortwährend an Intensität zunimmt. Trotz konstanter Röhrenleistung wächst gleichzeitig die Gesamtintensität des Spektrums stark an. Das neu hinzugekommene Maximum stimmt wellenlängenmäßig mit dem Hauptmaximum der Al-Strahlung von metallischem Material überein, wie überhaupt das Gesamtbild immer mehr die bekannte Form der Al-Bande annimmt.

Die Aufnahmen zeigen, wie Al_2O_3 unter dem Einfluß des Elektronenbeschusses in Aluminium und Sauerstoff zersetzt wird, wobei die räumliche Anordnung der Al-Atome mit der des massiven Materials übereinstimmt. Der Sauerstoff wird an den Gasraum abgegeben. Auf diese Weise nimmt die Zahl der Al-Atome im Wirkungsbereich der Elektronen laufend zu, was sich in einer Intensitätszunahme des Spektrums äußert. Auch bei kleinen Leistungen spielt sich dieser Vorgang relativ rasch ab, so daß es nicht möglich ist, mehrere einwandfreie Al_2O_3 -Spektren von derselben Substanz aufzunehmen. Nach O'BRYAN und SKINNER (36) läuft der gleiche Vorgang bei einem Vakuum von 10^{-5} - 10^{-6} Torr trotz größerer Belastung (100-200 W) langsamer ab, was sicherlich mit einer erneuten Oxydation des Aluminiums zusammenhängt.

¹⁾ Bei der steilen Zacke in der Bildmitte handelt es sich um eine Störung, die bei dieser Meßreihe auftrat; jedoch ist auch in Abb. b der Verlauf der Kurve noch fast ungestört.

3. Die L-Spektren von elementarem Silicium, Siliciumcarbid und Siliciumdioxid.

Wie bereits in der Einleitung dargelegt wurde, bestand vor allem deshalb ein Interesse an einer Neuvermessung der L-Spektren von Silicium, Siliciumdioxid und Siliciumcarbid, weil die Spektren früherer Messungen nur eine schwach ausgeprägte und zum Teil voneinander abweichende Struktur zeigen und deshalb keine sichere Grundlage für einen Vergleich mit den K-Spektren der gleichen Substanzen bilden. Vergleichende Untersuchungen dieser Art, wie sie bereits von KERN (38) eingeleitet wurden, sind geplant; die vorliegende Arbeit beschränkt sich auf die Aufnahme der Spektren und ihre Diskussion.

a. Die Aufnahme der Spektren.

Von den Substanzen wurde elementares Silicium in Form eines hochreinen geschliffenen Einkristallplättchens von etwa 1 cm^2 Fläche, SiO_2 in Form eines dünnen Quarzplättchens und als Pulver eines natürlichen Quarzkristalls untersucht; von SiC lagen feinkörnige, dunkelgraue Kristalle technischer Reinheit vor.

Im Gegensatz zu SiO_2 , das während der Messung eine bläulich-weiße Fluoreszenz zeigte, aber nicht glühte, begann das aus etwas gröberem Pulver bestehende SiC -Präparat unter dem Elektronenbeschuß rot zu glühen. Nach der Untersuchung konnte jedoch visuell keine Veränderung festgestellt werden. Auch bei dem Si -Plättchen konnte bei Röhrenleistungen unter 10 W ein Glühen vermieden werden. Das Quarzplättchen dagegen glühte hellrot und zersprang nach kurzer Zeit. Das Spektrum, soweit es bis zu diesem Zeitpunkt vorlag, zeigte die gleichen charakteristischen Merkmale wie das Spektrum von pulverisiertem Quarz, wurde jedoch für die Auswertung nicht verwendet.

Die sonstigen Aufnahmedaten waren: 2,5-3,3 kV; 1,2-3 mA; $3\text{-}7 \times 10^{-8}$ Torr.

Der Si L-Bande überlagert sich die C K-Bande in 3. Ordnung. Mit Ausnahme von SiC war der Kohlenstoffanteil an der

Emission gering und konnte leicht graphisch eliminiert werden. Bei SiC konnte - auch wegen zu geringer Kenntnis des genauen Intensitätsprofils der C K-Bande im Carbid - das Spektrum des Kohlenstoffs nicht mit der gleichen Sicherheit vom Gesamtspektrum abgezogen werden.

b. Ergebnisse und Diskussion.

In Tabelle 2 sind die von den einzelnen Autoren untersuchten Substanzen und die Aufnahmedaten zusammengestellt.

Tabelle 2.

Aufnahmedaten der Si L-Emissionsbande von elementarem Silicium, Siliciumcarbid und Siliciumdioxid nach Messungen verschiedener Autoren.

	Substanz	Spanng. kV	Strom mA	Zeit	Druck Torr	Empfänger
Coster und Hof(35)	Si, SiO ₂	1-3	5-15	Std.	10 ⁻⁵	Q ₃ -Platten
Skinner(21)	Si	3	100-200	Std.	10 ⁻⁶	Q ₁ -Platten
O'Bryan und Skinner(36)	SiO ₂ , SiC	3,5	10-100	Std.	10 ⁻⁶	Q ₁ -Platten
Kranner(37)	Si, SiO ₂ , SiC	1	100	Std.	?	Q ₃ -Platten
Crisp und Williams(30)	Si	4	3	<Std.	1-2x10 ⁻⁶	SEV. CuBe-Photokath.
Messungen d. Verfassers	Si, SiO ₂ , SiC	2,5-3,3	1,2-3,0	<Std.	3-7x10 ⁻⁸	SEV. Wolfr.-Photokath.

Elementares Silicium.

Abb.30 zeigt eine Registrierkurve der Si L_{II,III}-Bande; in Abb.31 ist $I(\nu)/\nu^3$ gegen die Photonenenergie aufgetragen.

Die Bande scheint aus drei sich überlappenden Teilbanden zusammengesetzt, die sich von etwa 85 eV bis 100 eV erstrecken. Die beiden scharf ausgeprägten Maxima liegen bei 89,55 eV und 92,05 eV; die Unsicherheit beträgt etwa 0,1 eV. Der langwellige Ausläufer konnte bis 75 eV beobachtet werden. Wegen des

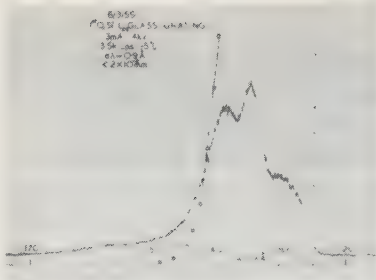


Abb.29. Si L_{II,III}-Emissions-
bande von elementarem Silicium
nach CRISP und WILLIAMS (30).

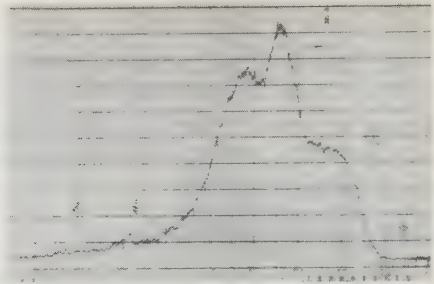


Abb.30. Si L_{II,III}-Emissions-
bande von elementarem Silicium.

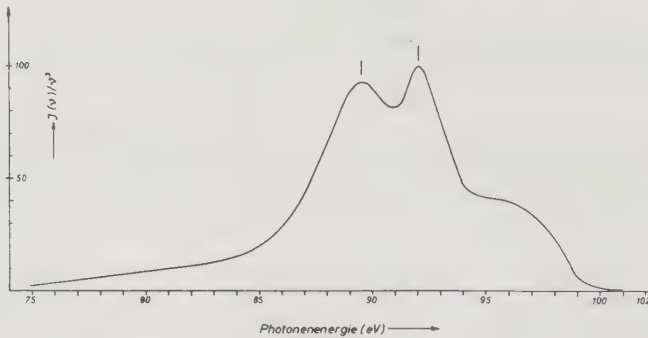


Abb.31. $I(v)/v^3$ -Kurve der Si L_{II,III}-Emissionsbande von ele-
mentarem Silicium.

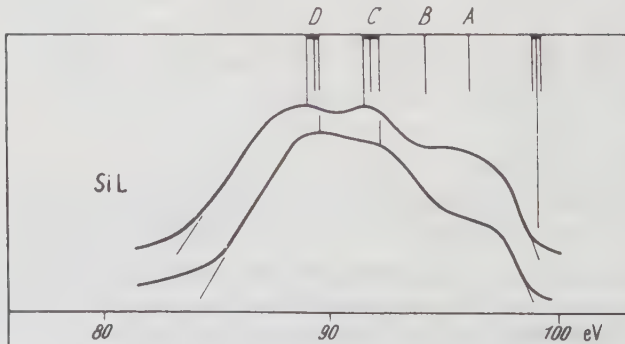


Abb.32. Die L-Emissionsbanden von met.Silicium. Oben: Si L_{II,III},
Photometerkurve nach COSTER und HOF (35), Ordina-
ten mit E^{-4} multipliziert; darunter Si L_{II,III}, Elektro-
nendichtekurve nach SKINNER (21) (aus KERN (38)).

geringen energetischen Abstandes der Maxima und der dadurch verursachten starken Überlappung der Teilbanden, sowie wegen des langwelligen Ausläufers, der als nicht mehr direkt zu der Elektronendichteverteilung gehörig betrachtet wird, ist es kaum möglich, die Bande in Teilbanden zu zerlegen und zu prüfen, inwieweit sich die Si-Bande aus den vier von der Theorie geforderten Teilbanden aufbaut.

Die Ergebnisse anderer Autoren sind in den Abb.29 und 32 dargestellt. Abb.29 zeigt eine neuere, ebenfalls mit einem SEV durchgeführte Messung von CRISP und WILLIAMS (30). Ihr Spektrum stimmt nach Form und Lage sehr gut mit dem des Verfassers überein.

Die in Abb.32 dargestellten Ergebnisse von COSTER und HOF (35) und SKINNER (21) wurden auf photographischem Weg gewonnen; desgleichen die hier nicht wiedergegebene Elektronendichtekurve von KRANNER (37), die weitgehend mit der Kurve von COSTER und HOF übereinstimmt. Beide Kurven in Abb.32 zeigen zwar eine gut ausgeprägte Schulter auf der hochenergetischen Seite, die beiden Maxima dagegen sind bei der unteren Kurve nicht mehr aufgelöst und auch bei der oberen Kurve nur schwach angedeutet. Die relativen Intensitätsverhältnisse der oberen Kurve sind unsicher, da die von KERN (38) durchgeführte Umrechnung ohne Kenntnis einer Schwärzungskurve erfolgte und die Photometerkurven wie Intensitätskurven behandelt wurden.

Leider fehlen in diesen Arbeiten auch Hinweise inwieweit sich das C K-Spektrum(III) störend auswirkt. Der Einfluß der C K-Emission(III) dürfte bei SKINNER geringer sein als bei COSTER und HOF, da das Spektrum in 2.Ordnung aufgenommen wurde.

Siliciumcarbid.

In Abb.33 ist $I(\nu)/\nu^3$ gegen die Photonenenergie aufgetragen. Das Spektrum weist drei ausgeprägte Maxima bei 85,3 eV, 90,85 eV und 96,7 eV auf. Unter der Annahme, daß sich die Si-Bande in SiC aus symmetrischen Teilbanden zusammensetzt, läßt sich die Zerlegung leicht durchführen und ergibt, nebenbei erwähnt, ohne Zwang eine vierte ebenfalls symmetrische Bande,

deren Maximum bei 94 eV liegt und deren Intensität etwa 40% des Wertes von 90,85 eV ausmacht. Die L-Bande von Si in Karborund besteht somit - in Übereinstimmung mit der Theorie - aus 4 Teilbanden, von denen drei dicht beisammenliegen, während die niederenergetische deutlich von ihnen abgesetzt ist.

Bei einer Reihe aufeinanderfolgender Messungen wurde für die einzelnen Maxima eine ähnliche Abhängigkeit von der Zeit festgestellt wie für das Hauptmaximum des Aluminiums, nur daß sich jetzt auch die relativen Intensitätsverhältnisse mit der Zeit änderten. Für die Auswertung der relativen Intensitätsverhältnisse wurde deshalb nur die erste Messung verwendet.

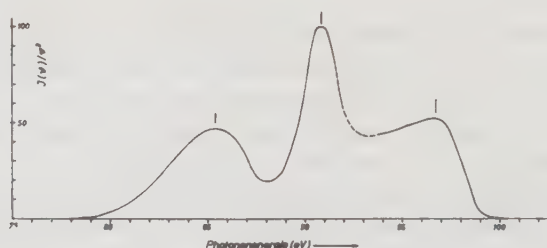


Abb.33. $I(\nu)/\nu^3$ -Kurve der $\text{Si}_{\text{II,III}}$ -Emissionsbande von SiC.

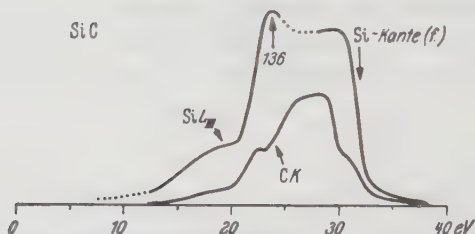


Abb.34. Intensitätskurve $I(E)$ der L-Emissionsbanden beider Atomarten von SiC nach O'BRYAN und SKINNER (36).

Die Intensitätskurve von O'BRYAN und SKINNER (36) ist in Abb.34 wiedergegeben. Die für das Hauptmaximum angegebene Wellenlänge von $136 \text{ \AA}$ bzw. 91 eV stimmt gut mit dem oben gemessenen Wert von $90,85 \text{ eV}$ überein. Im Bereich der C K-Emission(III) ist die Kurve unsicher.

Die $I(\nu)/\nu^3$ -Kurve von KRANNER (37) gleicht unterhalb von 95 eV dem von O'BRYAN und SKINNER gemessenen Spektrum, jedoch ist das Intensitätsverhältnis der beiden Maxima vertauscht. Für das höhere Maximum werden $95,2 \text{ eV}$ angegeben. KRANNER vermutet, daß dieser Unterschied erst durch die in Abb.34 durchgeführte Korrektur für Kohlenstoff zustande kommt. Abweichend von Abb.33 und 34 fällt bei KRANNER die Intensität vom hochenergetischen Maximum nicht direkt auf Null ab, sondern über eine ausgeprägte Schulter bei etwa 98 eV .

Eine besondere Röhrenkonstruktion erlaubte es KRANNER, das Si-Spektrum unter solchen Bedingungen aufzunehmen (270 V , 110 mA , 9 Std.), daß die K-Strahlung des Kohlenstoffs nicht angeregt wird. Inwieweit das Spektrum durch die niedrige Spannung, durch die Kohlenstoffabsorption und die lange Registrierzeit wirklich noch das Spektrum des massiven Materials wiedergibt, läßt sich im gegenwärtigen Zeitpunkt noch nicht sagen.

Das vom Verfasser aufgenommene Spektrum weicht von den Ergebnissen früherer Messungen vor allem in zwei Punkten ab. Die relativen Intensitätsverhältnisse der Maxima weichen auch nach einer Berücksichtigung der verschiedenen Ordinatenmaßstäbe in den Abb.33 und 34 voneinander ab. Besonders auffallend ist die stark ausgeprägte Einsattelung bei 88 eV . Die möglichen Gründe dafür werden im Anschluß an die Beschreibung der Ergebnisse von SiO_2 diskutiert.

Siliciumdioxid.

Die $L_{II,III}$ -Emissionsbande von Si in SiO_2 , von der in Abb.35 $I(\nu)/\nu^3$ gegen die Photonenenergie aufgetragen ist, zeigt im Bereich zwischen 85 eV und 100 eV zwei ausgeprägte Maxima bei $89,0 \text{ eV}$ und $94,75 \text{ eV}$. Zerlegt man die L-Bande unter der Annahme symmetrischer Teilbanden, so ergibt sich, daß sie

aus drei Teilbanden besteht. Für die dritte Teilbande liefert die graphische Zerlegung ein Maximum bei 91,3-91,5 eV und eine Intensität von etwa 15% des Hauptmaximums.

Von den Spektren anderer Autoren weisen die von O'BRYAN und SKINNER (36) (s. Abb. 36) und KRANNER (37) ebenfalls 2 Maxima auf, wobei das bei höheren Energien gelegene jeweils etwas intensiver ist. Die Lage des Hauptmaximums wird in beiden Arbeiten mit 131 Å, entsprechend 94,6 eV, angegeben. Dies ist in guter Übereinstimmung mit dem oben gemessenen Wert von 94,75 eV. Bei KRANNER, der ebenfalls die $I(\nu)/\nu^3$ -Darstellung gewählt hat, beträgt die Intensität an der tiefsten Stelle der Einsattelung 66%, während sie in Abb. 35 nur 45% beträgt.

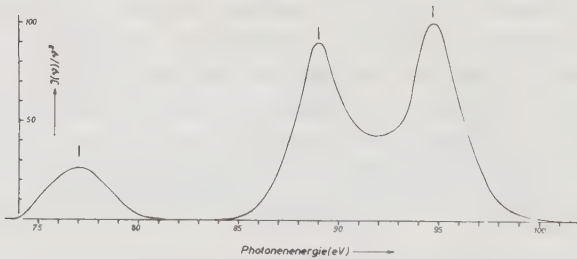


Abb. 35. $I(\nu)/\nu^3$ -Kurve der $\text{Si}_{\text{II,III}}$ -Emissionsbande in SiO_2 .

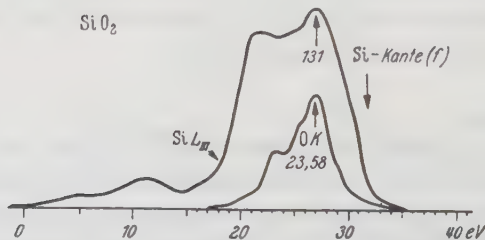


Abb. 36. Intensitätskurve $I(E)$ der L-Emissionsbande beider Atomarten von SiO_2 nach O'BRYAN und SKINNER (36).

Die Photometerkurve, die von COSTER und HOF (35) angegeben wird, zeigt andeutungsweise drei Maxima, wobei jedoch das mittlere, bei etwa 92 eV gelegene, mit der C K-Emission(III) übereinstimmt. Die Möglichkeit, daß die K-Bande des Kohlenstoffs das dritte Maximum verursacht, wird in der Arbeit von den Verfassern nicht ausgeschlossen. Außerdem ist das kurzwellige Maximum schwächer als das langwellige, im Gegensatz zu den Ergebnissen aller anderen Autoren.

Bei 77 eV wurde noch ein schwacher Satellit beobachtet (erst durch die spezielle Darstellung in Abb.35 wurde er relativ stark), der im Gegensatz zu der Aufnahme von O'BRYAN und SKINNER völlig von der Hauptbande getrennt ist. Sein Abstand zum Hauptmaximum beträgt 17,7 eV, bei O'BRYAN und SKINNER etwa 16 eV. Dieser Satellit, dessen Entstehung noch nicht geklärt ist und der, verglichen mit anderen Satelliten, verhältnismäßig intensiv ist, tritt speziell bei den K- und L-Spektren der Oxide von Elementen niedriger Ordnungszahlen auf. Es dürfte sich daher nicht um einen besonderen Anregungszustand handeln, sondern um einen Übergang, der durch spezielle Eigenarten des Sauerstoffions in der chemischen Bindung bedingt ist.

Gegenüber den früheren Messungen zeigen die hier vorliegenden Untersuchungen an SiO_2 die weitgehende Trennung der beiden intensiven Teilbanden. Erstmals konnte auch der Satellit von der eigentlichen Si-Bande völlig getrennt werden.

Die bei der Untersuchung von Si, SiC und SiO_2 gewonnenen Ergebnisse zeigen deutlich die Überlegenheit des SEV gegenüber der photographischen Platte im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlen. Zu den langen Belichtungszeiten, die einen entsprechend großen Einfluß der Kohlenstoffschicht mit sich bringen, kommt als weiterer Übelstand der geringe Schwärzungsspielraum der Platten. Für die photographische Registrierung wurden Ilford Q₁- bzw. Q₃-Platten verwendet. Bei den Q₃-Platten liegt nach KRANNER die maximale Schwärzung bei etwa 0,4; ein sinnvolles Arbeiten ist jedoch nur bis zu einer Schwärzung von

etwa 0,3 möglich, weil für größere Werte der Schwärzung die Gradation zu gering ist und dadurch die Intensitätsmessung ungenau wird.

Die geringen Intensitätsunterschiede im Bereich der maximalen Intensität einer Bande sind auf zu starke Belichtung zurückzuführen. Dies kommt bei dem Al-Spektrum in Abb.21a im Vergleich zu Abb.21b besonders deutlich zum Ausdruck.

Die Abweichungen im Bereich geringer Intensitäten, z.B. bei SiC und SiO₂, dürften ihre Ursache in der Bildung eines Untergrunds infolge Streustrahlung haben. Diese Streustrahlung verringert den Belichtungsspielraum zusätzlich.

4. Das K-Spektrum von elementarem Beryllium.

Beryllium gehört neben Aluminium mit zu den häufig untersuchten Substanzen. Einmal gilt das Interesse dem Metall mit der niedrigen Ordnungszahl und dem von anderen Metallen abweichenden Verlauf des hochenergetischen Intensitätsabfalls, andererseits liegt das Be-Spektrum energetisch so günstig, daß es mit jedem der bisher im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlen verwendeten Empfänger gut meßbar ist.-Den Anlaß zu den in dieser Arbeit erfolgten Messungen gab eine neue theoretische Arbeit über die Dichteverteilung der Elektronen bei Be (41).

a. Die Aufnahme des Spektrums.

Für die Untersuchung wurde ein Berylliumblech (30x30x 0,3 mm³) der Reinheit 99,5+% verwendet. Um einen ausreichenden Wärmekontakt zu haben, wurde das Blech oben und unten mit durchlaufenden, 10 mm breiten Kupferleisten auf der Antikathode befestigt. Die Belastung des Targets betrug 3 kV und 0,5 mA.

Zunächst wurde das Spektrum punktweise aufgenommen. Dabei betrug der mittlere statistische Fehler im Bereich zwischen 111,2 und 117 Å 0,7%; in den sich anschließenden Bereichen stieg er mit abnehmender Impulsrate schrittweise auf 3% an. Während des größten Teils der mehrere Stunden dauernden Messung lag der Druck bei 2×10^{-8} Torr. Um feststellen zu können, inwieweit sich die Impulsrate während der Meßzeit vermindert

hat, wurde nach Abschluß der Messung das Maximum erneut vermessen. Innerhalb der Meßgenauigkeit stimmte der Wert mit dem ursprünglich gemessenen überein, sodaß auf eine Korrektur verzichtet werden konnte.

Die Registrierkurven wurden bei 3 kV und 0,5 mA und einem Druck von $1,9 \times 10^{-8}$ Torr aufgenommen.

b. Ergebnisse und Diskussion.

Die Ergebnisse sind in den Abb.37-39 dargestellt. Abb.37 zeigt die Registrierkurve¹⁾; in Abb.38 sind die auf Imp./min umgerechneten Meßpunkte über der Wellenlänge aufgetragen und in Abb.39 ist $I(\nu)/\nu^3$ in Abhängigkeit von der Photonenenergie dargestellt.

Das Be-Spektrum (Abb.38) besteht aus einer breiten Bande, die sich von etwa 110,5 Å bis 127 Å erstreckt. Das Maximum liegt bei 113,83 Å bzw. 108,92 eV. (Nach der Umrechnung für die Darstellung in Abb.39 erhält man für das Maximum den Wert 114,00 Å, bzw. 108,72 eV.) Nach der hochenergetischen Seite fällt die Intensität über drei nahezu lineare Bereiche verschiedener Steigung ab. Die Knicke liegen bei 112,4 Å und 111,2 Å. Bei 115 Å ist eine schwach ausgebildete Schulter zu erkennen. Anschließend fällt die Kurve ohne weitere Strukturmerkmale aufzuweisen monoton. Der langwellige Ausläufer kann bis etwa 127 Å (98 eV) festgestellt werden. Der oberhalb von 111,45 eV (Punkt A in Abb.39) liegende Teil wird als die eigentliche Kante bezeichnet.

Von der Vielzahl der veröffentlichten Messungen werden im folgenden nur die herangezogen, die auf Grund von detailierten und quantitativen Angaben der Diskussion dienlich sind. Von den neueren Messungen sind dabei besonders die von HOLLI-DAY (16) und SAGAWA (40) zu erwähnen.

In Tabelle 3 sind die Lage des Maximums und der Kantenmitte (=Abszisse, die zu der Ordinate A/2 in Abb.39 gehört) zusammengestellt. Die verschiedenen Ergebnisse weichen nur sehr wenig voneinander ab.

¹⁾ Nach Abschluß der Messungen an Be stellte sich heraus, daß der Schreiber bei mittleren Ausschlägen nicht mehr linear anzeigte. Vor der Auswertung mußten deshalb die Schreiber-ausschläge mit Hilfe einer Eichkurve umgerechnet werden.

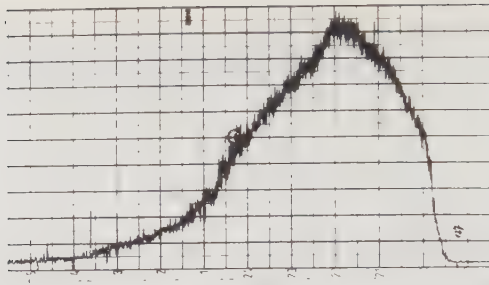


Abb.37. Die Be K-Emissionsbande von metallischem Beryllium.

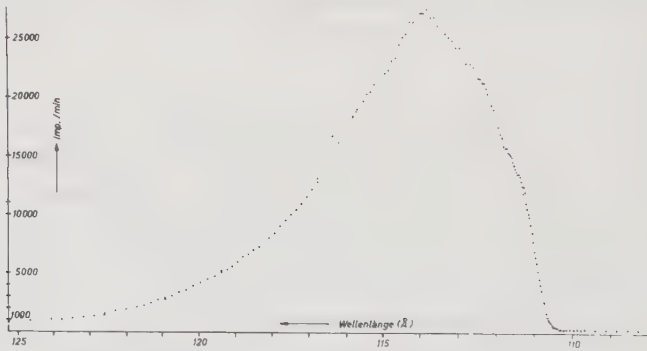


Abb.38. Punktweise aufgenommenes Spektrum der Be K-Emissionsbande von metallischem Beryllium.

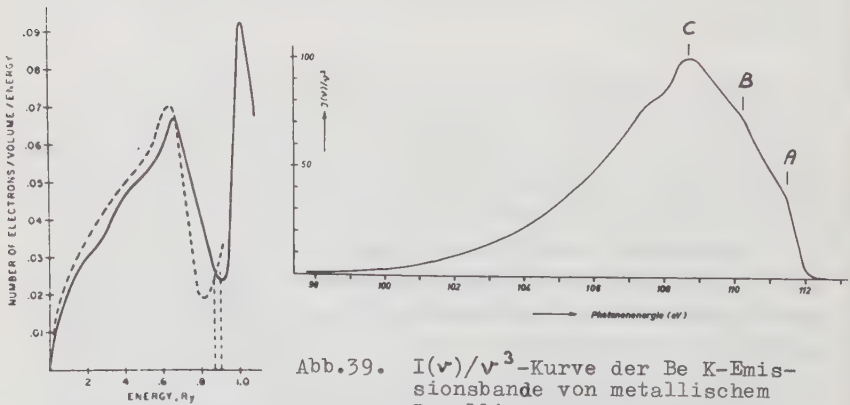


Abb.39. $I(\nu)/\nu^3$ -Kurve der Be K-Emissionsbande von metallischem Beryllium.

Abb.40. Elektronenzustandsdichteverteilung nach LOUCKS und CUTLER (41) und HERRING und HILL (42) (gestrichelt).

Tabelle 3.

Ergebnisse verschiedener Autoren für die Be K-Emissionsbande

	Maximum ($\text{\AA}$)	Kantenmitte ($\text{\AA}$)
Skinner (21)	113,7	110,9
Sagawa (40)	113,53	111,0
Holliday (16)	113,75	110,85
Messung des Verfassers	113,83	110,9

Das Spektrum von HOLLIDAY, das ebenfalls punktweise aufgenommen wurde (4 kV; 1,4 mA; Fehler 2,5%) stimmt mit Abb.38 gut überein. Es zeigt im hochenergetischen Teil (oberhalb 109 eV) ebenfalls 3 Bereiche verschiedener Steigung; durch die stärker streuenden Meßpunkte (infolge des etwa 3,5 mal größeren statistischen Fehlers) ist jedoch die Schulter bei 115 $\text{\AA}$ nicht zu erkennen.

Die Spektren von SKINNER (21) (photographisch in 2.Ordnung), SAGAWA (40) (photographisch in 2. und 3.Ordnung) und LUKIRSKII (12) (Geigerzähler; 1.Ordnung) zeigen auf der langwelligen Seite zwischen 115 und 118 $\text{\AA}$ eine Struktur, die der Si $L_{II,III}$ -Absorption der Gitteroberfläche zugeschrieben wird. In der Tat treten bei den Spektren, für deren Registrierung das Gitter zwar aus Glas bestand, aber mit Al bedampft war, oder für deren Aufnahme aluminiumbedampfte Replica-Gitter verwendet wurden, diese Anomalien nicht auf.

Bei FISHER, CRISP und WILLIAMS (8) zeigt sich der mit der Zeit zunehmende Einfluß der Oxydation des Berylliums. Dabei entsteht - wie auch die BeO-Aufnahme von COSTER und HOF (35) zeigt - im Bereich von 119 - 122 $\text{\AA}$ eine zusätzliche Erhebung.

Die Untersuchungen an Beryllium zeigen erneut, daß die photographische Platte im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlung der photoelektrischen Registrierung unterlegen ist.

Obwohl bei den Aufnahmen von SAGAWA das Auflösungsvermögen etwa 10 mal größer war als bei den Messungen des Verfassers, zeigen die Spektren die Einzelheiten nicht besser, und auch bei der Messung der Intensitätsverhältnisse wird durch die photographische Registrierung die Maximalintensität unterbewertet.

Wie die Untersuchungen weiter zeigen, stimmt die in der vorliegenden Arbeit mit dem SEV gemessene Kurve gut mit der von HOLLIDAY unter Verwendung des Proportionalzählrohrs erhaltenen überein; allerdings ist bei der Kurve von HOLLIDAY die Streuung der Meßpunkte größer, sodaß aus ihr Einzelheiten nicht so gut zu ersehen sind. Auf Grund des hohen Vakuums konnte ferner das Be-Spektrum frei von jeglichen Einflüssen des BeO-Spektrums gewonnen werden und die durch eine Kohlenstoffablagerung auf der Antikathode bewirkte Intensitätsabnahme blieb auch nach mehrstündigem Betrieb unter 2%.

Nach neuesten Berechnungen von LOUCKS und CUTLER (41) hat die Zustandsdichte der Elektronen in Abhängigkeit von der Energie für Be den in Abb.40 (ausgezogene Kurve) dargestellten Verlauf. Die gestrichelte Kurve zeigt die Berechnung von HERRING und HILL (42).

Wie weit lassen sich nun diese Berechnungen mit den vorliegenden Messungen vergleichen? Zunächst unterscheiden sich die Ergebnisse darin, daß die Berechnungen wirklich die Zahl der Elektronen pro Volumen und Energie angeben, während die in Abb.39 wiedergegebene Kurve das Produkt dieser Zustandsdichte mit einer der Übergangswahrscheinlichkeit proportionalen Funktion darstellt. In Abb.39 wurden ferner noch keine Korrekturen angebracht, die der Verbreiterung der Fermikante durch die Temperatur Rechnung tragen und die den Einfluß der Fensterkurve und der Breite des K-Niveaus berücksichtigen. Da sich diese Korrekturen nicht mehr mit einfachen Mitteln ausführen lassen, wurde zunächst darauf verzichtet.

Trotzdem ergeben sich einige markante Übereinstimmungen. An den steilen Anstieg der Fermikante (s. Abb.40) schließt sich ein linearer Verlauf an, der sich bis zum Maximum ausdehnt. Der Abstand des Maximums von der Kantenmitte beträgt 3,3 eV

(Exp.: 3,1 eV) und die Höhe der Kante erreicht 35% (Exp.: 37%¹⁾) des Maximalwerts der Dichteverteilung. Den zweiten Knick im Anstieg (Punkt B in Abb.39) gibt die Theorie nicht wieder. Beide Kurven zeigen auf der niederenergetischen Seite des Maximums eine schwach ausgebildete Schulter.

Bei der von HERRING und HILL angegebenen Verteilung schließt sich direkt an die Fermikante eine etwa 1,2 eV breite Einsattelung an (Abb.40). Wäre sie reell, müßte sie auf Grund des Auflösungsvermögens der Apparatur im Experiment, wenn auch nicht durch eine Einsattelung, so doch durch eine deutlich ausgeprägte Stufe in Erscheinung treten.

Die Gesamtbreite der theoretischen Kurve beträgt 12,24 eV, die der experimentellen 13-14 eV. Durch den langwelligen Ausläufer kann der untere Bandrand nicht genau bestimmt werden. Bei einer Breite von 12,24 eV beträgt jedoch die Intensität der experimentellen Kurve nur noch etwa 2% des Maximalwerts.

Der von der theoretischen Kurve stark abweichende Verlauf der experimentellen Kurve am langwelligen Ende der Bande ist auf den Einfluß der Übergangswahrscheinlichkeit zurückzuführen. Nach JONES et al. (26) (vgl. Kap. IV) steigt die Dichte der Elektronenzustände am unteren Bandrand mit $E^{1/2}$ (in Übereinstimmung mit Abb.40), die Übergangswahrscheinlichkeit proportional E an. Danach sollte der Anstieg in Abb.39 proportional $E^{3/2}$ erfolgen. Die Kurve verläuft zwar konvex gegen die Abszisse; legt man jedoch für den $E^{3/2}$ -Verlauf einen Gültigkeitsbereich von einigen eV zugrunde, so verläuft der Anstieg mehr quadratisch. Im hochenergetischen Teil der Bande, etwa oberhalb des Maximums, scheint der Einfluß der Übergangswahrscheinlichkeit auf die Form der Kurve gering zu sein, wie die Übereinstimmung zwischen Abb.39 und Abb.40 zeigt.

Eine weitergehende Analyse der korrigierten experimentellen Kurve müßte zu einer Abschätzung der Breite des K-Niveaus und zu genaueren Aussagen über den Einfluß der Übergangswahrscheinlichkeit führen.

¹⁾ Für die Höhe der Kante wurde die Ordinate an der Stelle A und für den Maximalwert der Dichteverteilung die Ordinate an der Stelle C in Abb.39 eingesetzt.

5. Niob- und Molybdänspektren.

a. Allgemeines.

Zur Bestimmung weiterer Meßpunkte der Eichkurve des Spektrographen und zur Berechnung der Fensterkurve des Spektrographen, ferner um die punktweise Vermessung schmaler Linien zu demonstrieren, wurden an den beiden Elementen Niob und Molybdän Messungen im Bereich des M-Spektrums durchgeführt. Da der Verfasser in seiner Diplomarbeit (39) Niob und Niob-Verbindungen untersuchte, wurden die Messungen auf NbO_2 und Nb_2O_5 ausgedehnt und führten damit über die ursprünglichen Absichten hinaus. Die beiden letzten Substanzen wurden hier erstmals untersucht.

Die intensivste Linie des M-Spektrums der Übergangselemente der 2. Gruppe ist $M\xi$ ($M_V N_{III}$). Diese und andere M-Linien wurden 1934-35 von SIEGBAHN und MAGNUSSON (23) und KIESSIG (24) untersucht. Dabei standen vor allem die wellenlängenmäßige Festlegung dieser Linien und ihre Einordnung in das Niveauschema im Vordergrund.

In den letzten Jahren stellten HOLLIDAY (16) und LUKIRSKII und ZIMKINA (20) wieder zahlreiche Untersuchungen an den Elementen 39 Y bis 42 Mo an, wobei das Hauptinteresse der Bestimmung der Halbwertsbreite (HOLLIDAY) und der Messung von Intensitätsverhältnissen (LUKIRSKII) galt.

In den vorliegenden Messungen wurde außer der Bestimmung der Wellenlänge und der Halbwertsbreite noch geprüft, ob und in welchem Maß die Linien durch die chemische Bindung beeinflusst werden.

b. Die Aufnahme der Spektren. Ergebnisse und Diskussion.

Niob und seine Oxide kamen pulverförmig, Molybdän in Form eines Blechs zur Untersuchung. Die übrigen Daten waren: 3 kV; 0,6 bis 1,2 mA; $2-3 \times 10^{-8}$ Torr. Bei Nb_2O_5 trat unter dem Elektronenbeschuß eine weißliche Fluoreszenz auf.

Die Messungen, von denen in Abb. 41 als Beispiel die punktweise aufgenommene Kurve von metallischem Niob zu sehen ist, ergeben für die Lage des Maximums der Nb $M\xi$ -Linie von Niob,

Niobdioxid und Niobpentoxid eine auf $0,03 \text{ \AA}$ übereinstimmende Wellenlänge. Die absolute Wellenlänge beträgt nach SIEGBAHN und MAGNUSSON (23) $72,13 \text{ \AA}$ für Nb und $64,35 \text{ \AA}$ für Mo. Alle Linien sind innerhalb der Meßgenauigkeit symmetrisch.

Wie man aus Abb.41 weiter sieht, befindet sich auf beiden Seiten der Hauptlinie $M\xi$ noch eine schwache Linie. Die bei kürzeren Wellenlängen gelegene Linie entspricht dem nicht mehr in seine Komponenten aufgelösten Übergang $M_{IV}N_{II,III}$. Ihr Abstand zur Hauptlinie beträgt $3,0 \text{ eV}$. Diese Linie tritt in den Nb-Verbindungen ebenfalls auf, ist dort jedoch sehr schwach. Die Abstände zur Hauptlinie betragen bei NbO_2 $4,2 \text{ eV}$, bei Nb_2O_5 $3,5 \text{ eV}$. HOLLIDAY hat bei met.Nb diese Linie ebenfalls, wenn auch schwächer, beobachtet und gibt für den Abstand zur Hauptlinie $2,7 \text{ eV}$ an.

Die zweite schwache Linie, die nur bei met.Nb beobachtet

werden konnte, und die $3,4 \text{ eV}$ nach der niederenergetischen Seite hin von der Hauptlinie entfernt ist, entspricht energiemäßig den beiden Übergängen $M_{II}M_{IV}$ und M_VN_{II} . Nach den Auswahlregeln ist jedoch der zweite Übergang verboten. Der Übergang $M_{II}M_{IV}$ wurde von HOLLIDAY nicht beobachtet. Jedoch weist schon KIESSIG auf Grund seiner in einem Mosley-Diagramm dargestellten Ergebnisse darauf hin, daß die Linie $M_{II}M_{IV}$ mit der Linie M_VN_{III} (= $M\xi$) weitgehend zusammenfallen müßte.

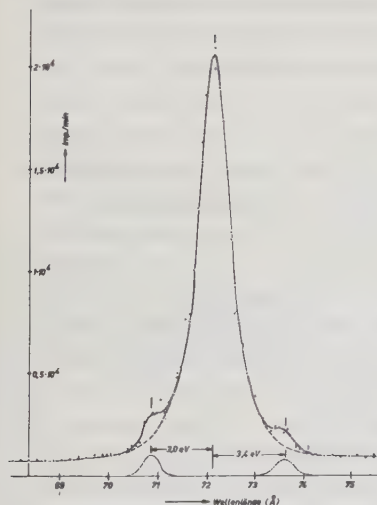


Abb.41. Nb $M\xi$ -Linie von metallischem Niob (punktweise aufgenommen).

Aus der Messung der Halbwertsbreite der Mo $M\zeta$ -Linie von met.Mo in 1. und 2. Ordnung wurde nach dem oben angegebenen Verfahren (Kap. IV.2.) die Fensterkurve der Apparatur bestimmt. Im Anschluß daran wurden auch bei met.Nb, NbO_2 und Nb_2O_5 die wahren Halbwertsbreiten der Linien ermittelt.

Die Ergebnisse sind in den Tabellen 4 und 5 wiedergegeben. Tabelle 4 zeigt eine Zusammenstellung der Wellenlängen und Halbwertsbreiten der $M\zeta$ -Linie von elementarem Niob und Molybdän nach Messungen verschiedener Autoren.

Tabelle 4.

Zusammenstellung der Wellenlängen und Halbwertsbreiten der $M\zeta$ -Linie von metallischem Niob und Molybdän.

	Molybdän		Niob		Zur Bestimmung der Halbwertsbreite verwendete Fensterkurve
	Wellenlänge (Å)	Halbwertsbreite (eV)	Wellenlänge (Å)	Halbwertsbreite (eV)	
Siegbahn und Magnusson(23)	64,35	-	72,13	-	-
Kiessig(24)	64,36	3,05	72,20	3,44	unkorrigiert
Lukirskii u. Zimkina(20)	64,35 ¹⁾	1,50	72,13 ¹⁾	1,52	L
Rogers und Chalklin(6)	-	1,44	-	-	L
Holliday(16)	64,2	1,85	71,95	1,2	G
Messungen d. Verfassers	64,35 ¹⁾	1,65	72,13 ¹⁾	1,20	G

L = Lorentzkurve; G = Gaußkurve

1) Wellenlängen von SIEGBAHN und MAGNUSSON (23) übernommen.

Die einzelnen Wellenlängen stimmen auf etwa 0,2 Å überein, wobei die von HOLLIDAY bestimmten Werte etwas kleiner sind als die früherer Messungen. In der vorliegenden Arbeit wurden

die Angaben von SIEGBAHN und MAGNUSSON verwendet (vgl. auch Fußnote S.45).

Die vom Verfasser aus den Messungen an Molybdän und Niob ermittelten Halbwertsbreiten stimmen innerhalb der Fehlergrenzen mit den Ergebnissen von HOLLIDAY überein. In beiden Fällen wurde zur Berechnung der Halbwertsbreite für die Fensterkurve eine Gaußverteilung (G) angenommen.

Die von LUKIRSKII u. ZIMKINA und ROGERS u. CHALKLIN für Mo $M\xi$ ermittelten Halbwertsbreiten stimmen nahezu überein, weichen aber aus den in Kap.IV genannten Gründen von den mit einer Gaußkurve (G) korrigierten Werten nach unten ab. Die Halbwertsbreite der $M\xi$ -Linie von Niob, für die LUKIRSKII und ZIMKINA 1,52 eV angeben, ist mit dieser Erklärung nicht in Übereinstimmung. Möglicherweise liegt die Ursache für die Abweichung darin, daß bei diesen Autoren das Niobpulver während der Aufnahme auf über 1000 °C erhitzt wurde und dabei oxydierte. Die größere Halbwertsbreite stünde damit in Einklang. - Die von KIESSIG angegebenen Werte sind unkorrigiert; doch dürfte bei ihm auch das Auflösungsvermögen nicht besonders gut gewesen sein, denn die Meßwerte liegen fast um einen Faktor 2 über den jetzigen Meßwerten.

Wie Tabelle 5 zeigt, ändert sich die Halbwertsbreite der Nb $M\xi$ -Linie von met.Nb, NbO₂ und Nb₂O₅ stark mit zunehmender Wertigkeit des Niobs, während, wie oben ausgeführt wurde, die energetische Lage für alle drei Substanzen genau den gleichen Wert hat.

Tabelle 5.

Halbwertsbreite der Nb $M\xi$ -Linie in metallischem Niob, NbO₂ und Nb₂O₅.

Substanz	Halbwertsbreite (eV)	
	unkorrigiert	korrigiert
Nb	1,85	1,20
NbO ₂	2,40	1,85
Nb ₂ O ₅	2,80	2,40

Die Untersuchung des Übergangs vom Leitfähigkeitsband nach M_V , dem Grundniveau der M_5 -Linie, bei Nb und NbO_2 zeigt eine starke Abhängigkeit von der chemischen Bindung hinsichtlich der Form und der Lage der Bande (Abb.42). Die Bande des

met.Nb hat ein Maximum bei $61,50 \text{ \AA}$, das mit dem aus der Messung von HOLLIDAY ermittelten Wert von $61,44 \text{ \AA}$ übereinstimmt.

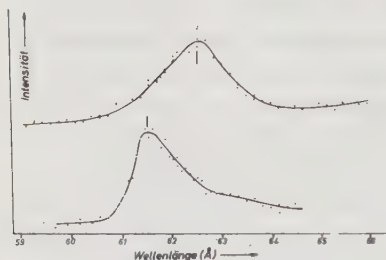


Abb.42. Nb M_V -Emissionsbande von metallischem Niob (unten) und NbO_2 (oben) (punktweise aufgenommen).

Die Form der Bande von met.Nb ist, wie bei Metallen zu erwarten, stark assymmetrisch mit Steilabfall auf der hochenergetischen Seite, während die Bande von NbO_2 eine mehr symmetrische Form hat, mit einem Maximum bei $62,55 \text{ \AA}$. Bei HOLLIDAY, der für diese Untersuchungen ein Gitter mit 55 000 Strichen/inch verwendete, zeigte

sich, daß die M_V -Bande von met.Nb aus zwei Teilbanden zusammengesetzt ist. Erwähnenswert ist noch, daß beide Banden eine gewisse Übereinstimmung hinsichtlich der Form und Lage mit den in früheren Messungen (39) angegebenen Photometerkurven von Nb $L\beta_2(L_{III}N_{IV,V})$ in den gleichen Verbindungen aufweisen.

Im freien Atom hat Nb die Elektronenkonfiguration $4s^2 4p^5 4d^4 5s^1$. Wenn man annimmt, daß das Leitfähigkeitsband durch die 5s- und 4d-Elektronen des freien Atoms gebildet wird, so gibt die $L\beta_2$ -Bande bei Anwendung der Auswahlregeln auf den Festkörper den (s + d)-Charakter und die M_V -Bande den p-Charakter des Leitfähigkeitsbandes wieder. Da im freien Atom die 5p-Zustände unbesetzt sind, müssen im Festkörper durch Vermischung der s- und d-Zustände solche mit p-Charakter entstanden sein. Inwieweit sich aus der übereinstimmenden Form der L_{III} -Bande mit der M_V -Bande Parallelitäten hinsichtlich der Besetzungsdichte und der Übergangswahrscheinlichkeit ergeben, wurde nicht weiter untersucht.

Ein Vergleich zwischen den Messungen der Nb $M\xi$ -Linie ($M_V N_{III}$) und der Nb M_V -Emissionsbande führt zu einem überraschenden Ergebnis. Beide Übergänge haben das M_V -Niveau gemeinsam; der Energieabstand des N_{III} -Niveaus vom Valenzband beträgt etwa 28 eV. Während die unterschiedliche Elektronenbeanspruchung im Metall und in den Oxiden bei der Nb M_V -Emissionsbande zu der erwarteten Verschiebung und Formänderung der Bande führt, ist bei der Nb $M\xi$ -Linie keinerlei Linienverschiebung festzustellen; hingegen erfährt die Halbwertsbreite mit zunehmender Oxydationszahl eine starke Verbreiterung. - Weitere Untersuchungen in dieser Richtung, auch die Ausdehnung auf benachbarte Elemente, sind geplant.

Die Messungen haben ferner gezeigt, daß die in früheren Veröffentlichungen angegebenen unkorrigierten Halbwertsbreiten wenig sagen, da die Korrekturen auch bei einem relativ guten Auflösungsvermögen der Apparatur keineswegs zu vernachlässigen sind.

Zusammenfassung.

In der vorliegenden Arbeit wird ein Konkavgitterspektrograph zur Messung der ultraweichen Röntgenstrahlung im Bereich von 40-600 Å beschrieben. Das Gitter, das als Echelettegitter mit 600 Strichen/mm ausgeführt ist, hat einen Radius von 2000 mm und wird unter einem Einfallswinkel von 85° verwendet.

Die Röntgenröhre besteht aus einem dünnwandigen, durch direkten Stromdurchgang ausheizbaren Zylinder. Sie befindet sich im Innern des eigentlichen auf $3-6 \times 10^{-6}$ Torr evakuierbaren Spektrographenraums. In der Röntgenröhre, die gleichzeitig als Experimentierkammer dient, und in der sich außer der Elektronenkanone und der Antikathode Vorrichtungen zum Aufdampfen, Gettern und Abglimmen befinden, können nach kurzzeitigem Ausheizen auf 300°C unter Verwendung von flüssiger Luft Vakua bis 7×10^{-9} Torr erreicht werden.

Der röntgenoptische Teil, der als in sich geschlossene Einheit ausgebildet wurde und aus Rowlandschiene, Spalthalter, Gitterhalter und Multipliewagen, bzw. Filmhalter besteht, kann außerhalb des Spektrographen justiert werden. Das Justierverfahren, das sich nur lichtoptischer Hilfsmittel bedient, wird eingehend beschrieben.

Die Spektren werden in der Röntgenröhre durch Elektronenstoß angeregt; die Strahlung verläßt die Röhre durch einen mit dem Spalt verbundenen Diffusionskanal. Als Empfänger dient ein Sekundärelektronenvervielfacher mit Wolframphotokathode. Die Registrierung der Spektren kann wahlweise kontinuierlich mit dem Schreiber oder durch die Aufnahme einzelner Meßpunkte mit vorgewählter Impulszahl erfolgen.

Im Rahmen der Arbeit wurden die L-Emissionsbanden von Al, Al_2O_3 , Si, SiC und SiO_2 , die K-Emissionsbande von Be, die M_5 -Linie von Mo, Nb, NbO_2 und Nb_2O_5 , sowie die M_V -Bande von Nb und NbO_2 aufgenommen.

Aluminium wurde als festes Material und als Aufdampfschicht untersucht. Die Ergebnisse beider Untersuchungen stimmen weitgehend überein. Abweichend von früheren Aufnahmen zeigen sie jedoch eine tiefe Einsattelung bei 71 eV und eine geringere Intensität im Bereich von 63-66 eV. Wie die eingehende Diskussion zeigt, sind diese Abweichungen weder auf einen möglichen Einfluß der O_I -Kante der Wolframphotokathode noch auf die Wellenlängenabhängigkeit des Reflexionsvermögens des Gitters zurückzuführen. - Die Abweichung zwischen 63 und 66 eV kann durch die Annahme erklärt werden, daß bei den früheren Aufnahmen wegen des unzureichenden Vakuums eine Oxydation der Oberfläche stattfand, so daß das Spektrum des Oxids gleichzeitig mit dem Spektrum des reinen Metalls angeregt wurde.

Der Kohlenstoff, der sich unter dem Einfluß des Elektronenbombardements auf der Antikathode niederschlägt, gibt Anlaß zu einer C K-Emission, die sich in 4. Ordnung dem Al-Spektrum überlagert. Das Fehlen der Einsattelung bei den Messungen anderer Autoren kann durch das Auftreten des C K-Spektrums (IV) nur teilweise erklärt werden. Hier spielen noch grundsätzliche Mängel der photographischen Registrierung, auf die weiter unten noch eingegangen wird, eine Rolle.

Mit Hilfe der Fensterkurve, die durch Messungen der $Mo\ L_{\beta}$ -Linie ermittelt wurde, konnte die Al-Bande im Bereich der Kante korrigiert werden. Bei Annahme einer dreieckförmigen Intensitätsverteilung erhält man nach der Faltung eine gute Übereinstimmung mit dem Experiment.

Das Al_2O_3 -Spektrum besteht aus zwei sich überlappenden, nahezu symmetrischen Teilbanden. Gegenüber den in der Literatur angegebenen Messungen sind die Extrema deutlicher ausgeprägt, während ihre energetische Lage gut mit den Literaturwerten übereinstimmt.

Die von O'BRYAN und SKINNER auf der hochenergetischen Seite im Anschluß an die Hauptbande bei zahlreichen Oxiden gemessene zusätzliche Struktur konnte unter normalen Versuchsbedingungen nicht beobachtet werden. Das ist darauf zurückzuführen, daß bei O'BRYAN und SKINNER infolge zu starker

Belichtung schwache Intensitäten überhöht und damit die relativen Intensitätsverhältnisse nicht richtig wiedergegeben werden. Diese Ansicht wird durch neuere Untersuchungen von HOLLIDAY an B_2O_3 bestätigt.

Im Zusammenhang mit der Aufnahme der Al- und Al_2O_3 -Banden wurde an zwei Beispielen untersucht, wie sich die Spektren im Lauf der Beobachtungszeit verändern.

Wie bereits erwähnt wurde, schlägt sich auf der Antikathode Kohlenstoff nieder, dessen C K-Emissionsbande(IV) Teile der Al-Bande überdeckt. Daneben wirkt die Kohlenstoffschicht als Absorber für die Elektronen und die Al-Strahlung. Unter plausiblen Annahmen konnte gezeigt werden, wie im Verlauf von mehreren Stunden bei einem Vakuum von etwa 10^{-6} Torr und ohne Verwendung von flüssiger Luft infolge der Absorption die Intensität des Al-Spektrums auf wenige Prozente ihrer ursprünglichen Intensität abfällt, während gleichzeitig das C K-Spektrum so weit an Intensität zunimmt, daß es nahezu dem Spektrum einer unendlich dicken Kohlenstoffschicht entspricht.

In dem zweiten Beispiel konnte gezeigt werden, wie γ - Al_2O_3 bei einigen 10^{-8} Torr im Lauf der Zeit unter der Einwirkung des Elektronenbeschusses in metallisches Aluminium übergeht. Die Al-Bande stimmt mit der des massiven Materials überein.

Die Si $L_{II,III}$ -Bande von elementarem Silicium, die in ihrem Mittelteil zwei deutlich ausgeprägte Maxima besitzt, fällt nach der kurzwelligen Seite über eine breite Schulter, die etwa 40% der Maximalintensität erreicht, ab. Auf der langwelligen Seite erfolgt zunächst ein rascher Abfall der Intensität; dann mündet die Kurve in den sog. langwelligen Schwanz ein.

Die Si L-Bande von SiC weist drei ausgeprägte Maxima auf, wovon das mittlere besonders intensiv ist. Die C K-Bande, die in diesem Fall wesentlich durch die C K-Bande des Carbids bestimmt wird, wurde graphisch eliminiert. Da jedoch die Form

dieser Bande noch nicht genau bekannt ist, ist in einem Teil der Si-Bande der wirkliche Verlauf etwas unsicher.

In SiO_2 scheint die Si L-Bande aus zwei sich teilweise überlappenden Linien zu bestehen. Dabei ist die kurzwelligere Linie etwas intensiver. 17,7 eV von dieser Linie nach der niederenergetischen Seite hin entfernt, wurde ein Satellit beobachtet, dessen Entstehung noch nicht geklärt ist, der jedoch im Gegensatz zu früheren Messungen von der übrigen Bande völlig getrennt ist.

Unter der Annahme, daß sich die Si-Bande in SiC aus symmetrischen Teilbanden aufbaut, läßt sich eine Zerlegung leicht durchführen und ergibt ohne Zwang eine vierte, ebenfalls symmetrische Teilbande. - Eine ähnliche Zerlegung bietet sich bei SiO_2 an. Sie liefert zusätzlich noch eine dritte kleine Linie.

Das K-Spektrum des Berylliums zeigt eine gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen anderer Autoren, besonders mit den neueren Messungen von HOLLIDAY. Da sich bei den Messungen an Beryllium trotz einer geringen Röhrenleistung eine hohe Impulsrate ergab, war es möglich, auch bei kurzen Registrierzeiten den statistischen Fehler klein zu halten und dadurch Einzelheiten des Bandenprofils besser zu beobachten, als dies bei früheren Messungen möglich war.

Ein Vergleich der $I(\nu)/\nu^3$ -Kurve mit neueren theoretischen Bandberechnungen ergibt oberhalb des Bandmaximums übereinstimmende Werte für den Anteil der Höhe der Fermikante an der maximalen Elektronendichte und den Abstand des Maximums von der Kante. Diese Übereinstimmung zeigt, daß am oberen Bandrand der Einfluß der Übergangswahrscheinlichkeit auf die Form der Bande gering ist. Wie die Diskussion ergibt, wird durch die neueren Berechnungen gegenüber den früheren die Elektronendichteverteilung besser wiedergegeben.

Der im Rahmen dieser Arbeit konstruierte Spektrograph hat gegenüber allen bisherigen Spektrographen den Vorzug eines besseren Vakuums und gegenüber den mit photographischer Registrierung arbeitenden Geräten den zusätzlichen Vorteil, daß

die Registrierzeiten kürzer sind und die Ströme in der Röntgenröhre wesentlich kleiner gehalten werden können.

Daraus ergibt sich zunächst, daß bei den früheren Messungen, deren Registrierung zum überwiegenden Teil photographisch erfolgte, wegen der größeren Emissionsströme und der langen Belichtungszeiten mit einer erheblichen Kohlenstoffbedeckung der Antikathode und wegen des unzureichenden Vakuums mit einer raschen Oxydation frischer Oberflächen gerechnet werden muß. Trotz der apparativen Vorteile machte sich die C K-Emissionsbande des Kohlenstoffs auch bei den Messungen des Verfassers störend bemerkbar. Im Gegensatz zu den meisten früheren Messungen liefen die Vorgänge auf der Antikathode jedoch so langsam ab, daß der Einfluß des Kohlenstoffs während der Untersuchungen messend verfolgt und bei der Auswertung eliminiert werden konnte.

Die Ergebnisse, die verschiedene Autoren mit photoelektrischer Registrierung (Sekundärelektronenvervielfacher, Geigerzähler, Proportionalzählrohr) erzielten, stimmen weitgehend überein, sofern die sonstigen experimentellen Bedingungen vergleichbar waren. Vergleicht man dagegen die in dieser Arbeit an den Emissionsbanden von Elementen und Verbindungen gewonnenen Ergebnisse mit den photographisch aufgenommenen Messungen anderer Autoren, stellt man zum Teil starke Abweichungen fest. Wohl stimmt die Lage der Maxima, soweit sie bei früheren Messungen vorhanden sind, überein; doch sind die Banden bei den vorliegenden Messungen strukturiert und zeigen deutlich ausgeprägte Extrema. Diese Beobachtungen werden bei allen untersuchten Banden gemacht. In mehreren Fällen ergaben sich auch starke Abweichungen bei der Betrachtung relativer Intensitätsverhältnisse.

Die Abweichungen kann man zum Teil aus den Eigenschaften der photographischen Platte verstehen. Die photographischen Platten, die zur Untersuchung der ultraweichen Röntgenstrahlen verwendet werden, haben in diesem Wellenlängengebiet einen geringen Schwärzungsspielraum, der durch Röntgenstreuung und sichtbares Licht aus der Röntgenröhre zusätzlich verringert wird. Die Folge davon ist, daß man die Platten

im Bereich des Bandenmaximums stark belichten muß, um für geringe Intensitäten noch meßbare Schwärzungen zu bekommen. Dann sind aber genaue Messungen im Bereich maximaler Schwärzung wegen der geringen Gradation nicht durchführbar.

Weshalb trotz der Korrekturen, die man mit Hilfe einer Schwärzungskurve anbringt, die relativen Intensitätsverhältnisse nicht richtig wiedergegeben werden und Strukturdetails verloren gehen, ist nicht klar; man ist so lange auf Vermutungen angewiesen, bis von demselben Gerät photographisch und photoelektrisch registrierte Aufnahmen vorliegen. Da die Strahlung unter einem Winkel von wenigen Graden auf den Film trifft, spielen möglicherweise Streuvorgänge und kleine Unebenheiten der Filmoberfläche eine Rolle. Unbekannt ist auch noch, wie weit das Reziprozitätsgesetz gilt. Dagegen scheint die bei der Auswertung photographischer Aufnahmen gemachte Voraussetzung, daß die Schwärzung weitgehend von der Photonenzahl und nicht von der Energie abhängt, nicht haltbar. - Wegen dieser Mängel der photographischen Platte erweist sich eine Nachprüfung aller auf photographischem Weg gewonnenen Ergebnisse als notwendig.

Die Untersuchung der Nb $M\xi$ -Linie ($M_V N_{III}$) von metallischem Niob, NbO_2 und Nb_2O_5 ergab, daß sich die energetische Lage dieser symmetrischen Linien beim Übergang vom Metall zu den Oxiden nicht ändert, daß aber die Halbwertsbreite sehr stark von der Wertigkeit abhängt. Die Nb M_V -Emissionsbande dagegen, die mit der $M\xi$ -Linie das M_V -Niveau gemeinsam hat, und die bei met. Nb und NbO_2 untersucht wurde; zeigt bei diesen beiden Substanzen starke Unterschiede hinsichtlich der Form und der Lage der Bande. - Über die Messungen an NbO_2 und Nb_2O_5 wird hier erstmals berichtet.

Von allen $M\xi$ -Linien wurde die wahre Halbwertsbreite ermittelt. Die Korrekturen, die an den Meßkurven anzubringen sind, können bei einem Auflösungsvermögen von einigen Zehnteln eines Angströms, was für die meisten Apparaturen zutrifft, nicht vernachlässigt werden.

Literaturverzeichnis.

- (1) COMPTON, A.H. and R.L.DOAN: Proc.Nat.Acad.Sci. 11 (1925) 598.
- (2) SIEGBAHN, M.: Ergebn.d.exakt.Naturw. 16 (1937) 104.
- (3) OSGOOD, T.H.: Nature 119 (1927) 817.
- (4) MAGNUSSON, T.: Nova Acta Reg.Soc.Sci.Upsaliensis,
Ser.IV, 11 (1938) N:O 3.
- (5) KINGSTON, R.H.: M.I.T., Technical Report No.193 (1951).
- (6) ROGERS, J.L. and F.C.CHALKLIN:
Proc.Phys.Soc.(London) B 67 (1954) 348.
- (7) HOLLIDAY, J.E.: Rev.Sci.Instruments 31 (1960) 891.
- (8) FISHER, P., R.S.CRISP and S.E.WILLIAMS:
Optica Acta 5 (1958) 31.
- (9) SKINNER, H.W.B.: Rep.Prog.Phys. 5 (1939) 257.
- (10) EHLERS, H. und J.MOLL: Z.ang.Phys. 12 (1960) 324.
- (11) NEDDERMEYER, H.: Diplomarbeit 1963.
- (12) LUKIRSKII, A.P.: Transl.Bull.Acad.Sci. USSR 25, 926.
- (13) CATTERAL, J.A., L.F.WILSON and J.TROTTER:
J.Sci.Instr. 35 (1958) 393.
- (14) KIENEL, G. und A.LORENZ: Vakuum-Technik 9 (1960) 217.
- (15) STEIGERWALD, K.H.: Physikalische Blätter (1960) 234.
- (16) HOLLIDAY, J. (unveröffentlicht; private Mitteilung).
- (17) RATHENAU, G. und P.K.PEERLKAMP: Physika 2 (1953) 125.
- (18) FISHER, P.: J.O.S.A. 44 (1954) 665.
- (19) MACK, J.E., J.R.STEHN und B.EDLEN: J.O.S.A. 22 (1932) 245.
- (20) LUKIRSKII, A. und T.M.ZIMKINA:
Trans.Bull.Acad.Sci. USSR 27, 339.
- (21) SKINNER, H.W.B.: Phil.Trans.Roy.Soc. A 239 (1940) 95.
- (22) CHALKLIN, F.C.: Proc.Roy.Soc.Lond., Ser. A 149 (1948) 42.
- (23) SIEGBAHN, M. und T.MAGNUSSON: Z.Phys. 88 (1934) 559.
- (24) KIESSIG, H.: Z.Phys. 95 (1935) 555.
- (25) TOMBOULIAN, D.H.: Handb.d.Phys.XXX (1957) 259.
- (26) JONES, H., N.F.MOTT and H.W.B.SKINNER: Phys.Rev. 45 (1934) 379.
- (27) SAGAWA, T.: The Science Rep.of the TOHOKU UNIV.
Series 1, Vol. XLIV, No.4 (1960) 115.
- (28) CADY, W.M. and D.H.TOMBOULIAN: Phys.Rev. 59 (1941) 381.
- (29) GALE, B. and J.TROTTER: Phil.Mag. 1 (1956) 759.

- (30) CRISP, R.S. and S.E.WILLIAMS: Phil.Mag. 5 (1960) 1205.
- (31) CRISP, R.S. and S.E.WILLIAMS: Phil.Mag. 6 (1961) 365.
- (32) SANDSTRÖM, A.E.: Handbuch der Physik (1957) 226.
- (33) RUMSH, M.A., A.P.LUKIRSKII und V.N.SHCHEMELEV:
Transl.Bull.Sci. USSR 25, 1063.
- (34) SIEGBAHN, M. und T.MAGNUSSON: Z.Phys. 87 (1934) 291.
- (35) COSTER, D. and S.HOF: Physica VII (1940) 655.
- (36) O'BRYAN, H.M. and H.W.B.SKINNER:
Proc.Roy.Soc.Lond. A 176 (1940) 229.
- (37) KRANNER, H.: Dissertation, Univ.Wien (1961).
- (38) KERN, B.: Z.Phys. 159 (1960) 178.
- (39) WIECH, G.: Diplomarbeit 1959.
- (40) SAGAWA, T.: The Sci.Rep.of the TOHOKU UNIV.
Ser.1, Vol. XLV, No.4 (1961) 232.
- (41) LOUCKS, T.L. and P.H.CUTLER: Phys.Rev. 133 (1964) 819.
- (42) HERRING, C. and A.G.HILL: Phys.Rev. 58 (1940) 132.
- (43) KRÁMER, H.: Dissertation, Univ.München (1960).

Meinem verehrten Lehrer, Herrn Professor Dr.A.Faessler bin ich für die Anregung zu dieser Arbeit, für sein stetes und förderndes Interesse und vor allem für seinen persönlichen Einsatz bei der Überwindung zahlreicher Schwierigkeiten zu großem Dank verpflichtet.

Herrn Hauptwerkmeister F.Scharf danke ich dafür, daß er allen meinen Wünschen nachgekommen ist, sowie für wertvolle Diskussionen und seine Beratung in konstruktiven Fragen. Herrn Feinmechanikermeister A.Ebenböck danke ich für die sorgfältige Ausführung der feinmechanischen Arbeiten.

Für die erfreuliche Zusammenarbeit während der Planung und Herstellung des vakuumtechnischen Teils des Spektrographen danke ich Herrn Dr.J.Moll von der Firma Leybold-Hochvakuum-Anlagen GmbH, Köln.

Besonderen Dank schulde ich Herrn Dr.Wolfbauer von der Firma Deckel, München, für seine Ratschläge und die feinmechanische Bearbeitung der Rowlandschiene, sowie Herrn Dr.Opitz von der Firma C.Zeiss, Oberkochen, für die Ausführung der Elektronenstrahlschweißungen.

Herrn Dipl.-Phys.H.Neddermeyer danke ich für seine Mitarbeit bei der Planung und dem Bau elektronischer Geräte.

Die Arbeit ist durch die von der Deutschen Forschungsgemeinschaft geleistete Unterstützung sehr wesentlich gefördert worden.

Lebenslauf

Am 24. Juni 1931 wurde ich als Sohn des Gärtners Carl Wiech und seiner Ehefrau Emma Wiech, geb. Buderer, in Heidenheim an der Brenz geboren. Dort besuchte ich von Ostern 1938 bis Sommer 1942 die Volksschule und vom Herbst 1942 an bis zu meinem Abitur im Sommer 1951 die Hellensteinoberschule für Jungen. Nach dem Abitur arbeitete ich zwei Jahre als Hilfsarbeiter in verschiedenen Laboratorien der Firma Osram.

Im SS 1953 begann ich an der Ludwig-Maximilians-Universität in München das Studium der Physik, Chemie und Mathematik. Das Diplomvorexamen für Physik bestand ich im SS 1956. Anschließend arbeitete ich im I. Physikalischen Institut der Universität und legte im WS 1959 die Hauptprüfung für Diplomphysiker ab. Seither arbeite ich unter der Anleitung von Herrn Prof. Dr. A. Faessler an der vorliegenden Dissertation.

Im Fortgeschrittenenpraktikum des Instituts bin ich seit 1.12.1957 tätig. Vom 1.12.1957 bis 30.6.1961 war ich Hilfsassistent. Am 1.7.1961 wurde mir die Verwaltung einer wissenschaftlichen Assistentenstelle übertragen.

